This is a digital copy of a book that was preserved for generations on library shelves before it was carefully scanned by Google as part of a project to make the world's books discoverable online.

It has survived long enough for the copyright to expire and the book to enter the public domain. A public domain book is one that was never subject to copyright or whose legal copyright term has expired. Whether a book is in the public domain may vary country to country. Public domain books are our gateways to the past, representing a wealth of history, culture and knowledge that's often difficult to discover.

Marks, notations and other marginalia present in the original volume will appear in this file - a reminder of this book's long journey from the publisher to a library and finally to you.

Usage guidelines

Google is proud to partner with libraries to digitize public domain materials and make them widely accessible. Public domain books belong to the public and we are merely their custodians. Nevertheless, this work is expensive, so in order to keep providing this resource, we have taken steps to prevent abuse by commercial parties, including placing technical restrictions on automated querying.

We also ask that you:

+ *Make non-commercial use of the files* We designed Google Book Search for use by individuals, and we request that you use these files for personal, non-commercial purposes.

+ *Refrain from automated querying* Do not send automated queries of any sort to Google's system: If you are conducting research on machine translation, optical character recognition or other areas where access to a large amount of text is helpful, please contact us. We encourage the use of public domain materials for these purposes and may be able to help.

+ *Maintain attribution* The Google "watermark" you see on each file is essential for informing people about this project and helping them find additional materials through Google Book Search. Please do not remove it.

+ *Keep it legal* Whatever your use, remember that you are responsible for ensuring that what you are doing is legal. Do not assume that just because we believe a book is in the public domain for users in the United States, that the work is also in the public domain for users in other countries. Whether a book is still in copyright varies from country to country, and we can't offer guidance on whether any specific use of any specific book is allowed. Please do not assume that a book's appearance in Google Book Search means it can be used in any manner anywhere in the world. Copyright infringement liability can be quite severe.

About Google Book Search

Google's mission is to organize the world's information and to make it universally accessible and useful. Google Book Search helps readers discover the world's books while helping authors and publishers reach new audiences. You can search through the full text of this book on the web at `http://books.google.com/`

Chem 7108.65

HARVARD UNIVERSITY.

LIBRARY OF THE

Chemical Department.

HARVARD COLLEGE

SCIENCE CENTER
ARY

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

CHEMISCHE FABRIK.

Ein

auf 33jährige durchaus eigene Erfahrungen gestütztes

praktisches Handbuch

fabrikmässigen Darstellung chemischer Präparate

von

Dr. Eduard Stieren.

Mit einer Vorrede

von

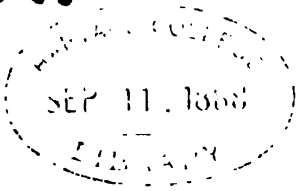
Dr. G. C. Wittstein.

Mit 97 in den Text eingedruckten Holzschnitten.

München, 1865.
Verlag von Julius Grubert.

Digitized by Google

~~V 3419~~
Chem 7108.65



Trans. from
Chem. Dept.

Digitized by Google

Vorrede.

Die Absicht, dem vorliegenden Werke einige Zeilen anzufügen, ist nicht von dem Verfasser, sondern von mir ausgegangen, und zwar noch ehe ich dasselbe gesehen hatte. Da ein solcher Begleitschein durchgängig bezweckt, auf die Lichtseiten eines Buches aufmerksam zu machen, so musste ich — wird man urtheilen — schon im Voraus etwas Ausgezeichnetes von dem Verf. erwarten. Darüber hegte ich nun allerdings auch keinen Augenblick Bedenken, aber ebenso gewiss war ich, und bin es jetzt, nach Durchsicht des Werkes, wo möglich noch mehr, dass dasselbe meiner Empfehlung gar nicht bedarf.

Das ist es also nicht, was mich veranlasst, hier die Feder zu ergreifen, sondern ich möchte vor allem Diejenigen, welche den Verf. noch nicht kennen, darauf aufmerksam machen, dass derselbe zwar seit 17 Jahren in Nord-Amerika wohnt, aber kein geborener Amerikaner, sondern ein Deutscher ist, und seine hauptsächlichsten Erfahrungen auf dem Gebiete der chemischen Industrie in deutschen Fabriken erworben hat. Wenn dieser Umstand geeignet ist, demselben die Sympathieen seiner ehemaligen Landsleute zuzuwenden, so kann ich den letzteren die Versicherung geben, dass sie dazu noch mehr Grund finden werden, sobald sie sich mit dem Inhalte seines Werkes bekannt machen.

Seit mehr als 40 Jahren mit dem Verf. innig befreundet, war es mir oft vergönnt, einen mehr als flüchtigen Blick in

Digitized by Google

seine wissenschaftliche und praktische Thätigkeit zu thun, und dabei die Ueberzeugung zu gewinnen, dass nicht leicht Jemand geeigneter sein dürfte, ein Werk wie das vorliegende auszuarbeiten. Zu einem solchen Unternehmen gehört aber auch ein hoher Grad von Selbstverleugnung, den nicht jeder, ja den die wenigsten, noch in Thätigkeit stehenden Fabrikanten besitzen; ich meine die aufrichtige, rückhaltlose Preisgebung ihrer erworbenen Erfahrungen und sog. Fabrikgeheimnisse zum Besten Anderer. Der Verf. hat sich daher durch Herausgabe seines Werkes den grössten Dank der Industriellen seines Faches erworben, denn einen ähnlichen Schatz von wissenschaftlicher und technischer Praxis hatte die Literatur bis jetzt nicht aufzuweisen.

München im December 1864.

Dr. G. C. Wittstein.

Digitized by Google

Vorwort.

Während einer langen Reihe von Jahren habe ich mich, fast ununterbrochen, mit der fabrikmässigen Bereitung chemischer Präparate beschäftigt, und dabei mancherlei Erfahrungen gesammelt, welche in einem eigenen Werke zusammenzustellen schon seit längerer Zeit meine Absicht gewesen ist. Es liegt nicht in dem Zwecke des vorliegenden Buches, die Darstellungsweisen aller derjenigen Artikel aufzuführen, welche in den Wissenschaften, Künsten und Gewerben Anwendung finden, sondern es enthält dasselbe nur diejenigen, welche **ohne Ausnahme von mir selbst und unter meiner direkten persönlichen Leitung** angefertigt worden sind, und deren Anzahl ist keine geringe.

Ausser den Darstellungsmethoden der Artikel habe ich nicht versäumt, in dem Buche die erforderlichen Handgriffe mitzutheilen, welche für ein erfolgreiches Gelingen der Arbeiten von grossem Belang sind, sowie auch die physischen Eigenschaften und das chemische Verhalten der Präparate angegeben, und im Allgemeinen darauf hingewiesen, wodurch sie möglicherweise verunreinigt oder womit sie verfälscht sein können. Jedoch habe ich von der Art ihrer Prüfung Umgang genommen, da jeder Fabrikant chemischer Artikel wissen muss, wie er Verunreinigungen in den von ihm dargestellten Gegenständen aufzusuchen hat, und — weil andere chemische Werke, unter Anderem *Wittstein's* treffliche Präparatenkunde, hinreichenden Nachweis darüber liefern; nur bei einigen wenigen Präparaten hielt ich es für unerlässlich nöthig, in dieser Beziehung eine Ausnahme zu machen.

Digitized by Google

Die Anordnung betreffend, so habe ich mit den negativ-electrischen oder nicht metallischen Grundstoffen und ihren gegenseitigen Verbindungen, und unter diesen mit dem Stickstoff, den Anfang gemacht, auf dieselbe Weise die positiv-electrischen oder metallischen Grundlagen durchgeführt, dann die gebräuchlichen organischen Säuren und Aetherarten und zuletzt einige der Alkaloide nebst ihren Verbindungen abgehandelt.

Da nicht einem jeden Fabrikanten die chemische Nomenclatur in den hauptsächlicheren Sprachen bekannt sein dürfte, habe ich die lateinischen, französischen und englischen Namen der Präparate in das Werk fortlaufend aufgenommen und zur Erleichterung des Aufsuchens am Schlusse desselben zwei alphabetische Register zugefügt, von denen das erste die deutschen, das zweite die Ausdrücke in den drei anderen Sprachen enthält.

Bei der Uebergabe meines Buches an das praktisch-chemische Publikum hege ich den Wunsch, Anderen durch die in demselben enthaltenen Erfahrungen vielleicht nützlich werden zu können. Eine nachsichtsvolle Beurtheilung desselben, sowie eine gewogene Anerkennung meiner Bemühungen wird mich zu tiefgefühltem Danke verpflichten.

Tarentum in Pennsylvanien, im Januar 1864.

Der Verfasser.

Digitized by Google

Salpetersäure.

$NO_5 + xHO$.

(Scheidewasser, Salpetergeist, Septische Säure; Acidum nitricum, A. azoticum, A. septicum, Aqua fortis, Spiritus nitri acidus; Acide nitrique, A. azotique, Esprit de nitre, Eau forte; Nitric acid, Spirit of nitre.)

A. Gewöhnliche Salpetersäure. Man stellt dieselbe aus Kali- oder Natronsalpeter dar, und bewerkstelligt die Zersetzung dieser Salze durch Schwefelsäure sowohl in gläsernen Retorten, die in Galeerenöfen in Kapellen liegen, als auch, und jetzt meistens in gusseisernen Cylindern. Da der Natronsalpeter nicht nur billiger ist, sondern auch mehr Säure liefert, als der Kalisalpeter, wird der erstere vorzugsweise verwendet.

a. Destillation in Galeerenöfen. Die Retorten, deren ich mich stets bediente, waren einfache, nicht tubulirte, sogenannte 22 und 24 quarthaltige [1]), aus grünem Glase gefertigt und sehr billig. Die Kapellen, wie ich solche auch jetzt noch in meinem Laboratorium anwende, haben runde Krämpen, oder, zum besseren Aufliegen auf dem Mauerwerk, kann man denselben auch einen viereckigen Rand geben. Die Kapelle hat oben einen Durchmesser von 15″ und eine gleiche Tiefe im Lichten, der Ausschnitt ist oben $5\frac{1}{2}$″ weit und 5″ tief; die Eisenstärke ist im Allgemeinen $\frac{3}{8}$″. Der Guss muss gleichmässig, und es darf der Boden nicht dicker sein, als die Seitenwände. Der Galeerenofen, dessen ich mich bediene, ist ein zweireihiger, und enthält in jeder Reihe 8 bis 9 Kapellen. Beigefügte Zeichnungen geben Ansichten des Galeerenofens und der Kapelle. Die gusseisernen Roststäbe (*grate-bars*) anlangend, so ist es, des Verziehens halber, besser, denselben nicht die ganze Länge unter den vier ersten Kapellen zu geben, sondern getheilt anzuwenden, d. i. zwei Reihen hintereinan-

1) Unter Quart ist stets das englische (und hannoversche) Hohlmaass (= 32 Unzen) zu verstehen. 12 solcher Quart sind in diesem Werke = 1 Eimer.

Digitized by Google

der zu legen. Die Kapellen haben $1\frac{1}{2}$'' Feuerspielraum; die Bögen für die Kapellen richten sich nach dem äussern Durchmesser derselben.

Fig. 1.

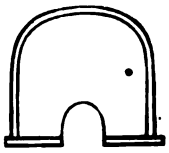


Fig. 2.

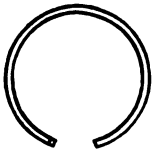


Fig. 3.

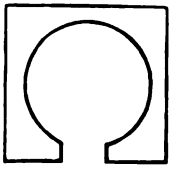


Fig. 4.

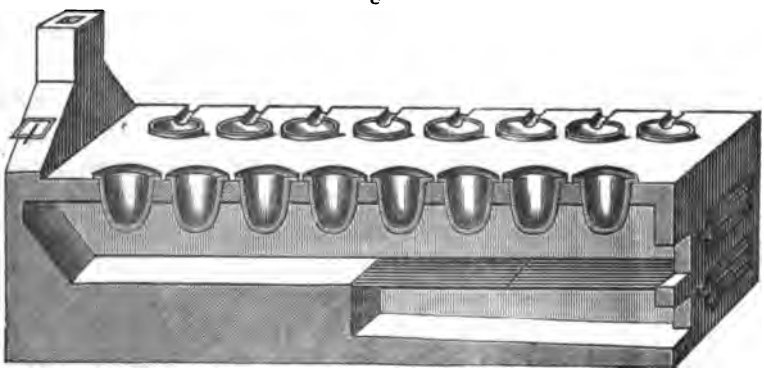


Fig. 5.

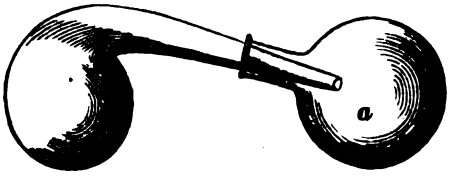
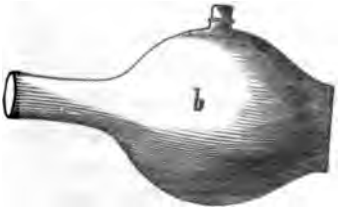


Fig.6.



Nachdem in jede Retorte 22 bis 24 Pfund des zwischen den Händen zerdrückten Natron- oder Chilisalpeters gebracht worden sind, werden dieselben etwas aufrecht in die Sandkapellen eingesetzt, worauf mit dem Uebergiessen von Schwefelsäure begonnen wird; für jede 24 Pfund Salpeter werden 21 Pfund Säure zu 60° B. = 1,717 spec. Gew. gerechnet. In chemischen Fabriken verdünnt man nicht etwa conc. Säure zu 66° mit Wasser, sondern man benützt die in bleiernen Pfannen bis zu 60 oder 61° eingedampfte Kammersäure für diesen und ähnliche Zwecke. Es ist nicht rathsam, die Retorten weit über die Hälfte zu füllen, weil

Digitized by Google

meistens die Masse sich aufblähet und steigt, wodurch das Destillat verunreinigt und die Retortenschnäbel verstopft werden dürften.

Bei einem zweireihigen Geleerenofen stellt man zwei Arbeiter an, deren jeder eine Seite beschickt. Sobald die Säure durch einen gekrümmten Trichter von Steingut oder Blei in die Retorte gegeben, wird der Hals derselben mit Papier oder altem Zeug ausgerieben, um etwa anhängenden Salpeter oder Säure zu entfernen, und die Vorlage von Glas (a) oder Steingut (b) dann schnell, ohne dieselbe darauf zu lutiren, so weit vorgeschoben, dass die Mündung des Halses derselben den Retortenschnabel umschliesst; man lässt die Mündung des letztern am besten bis fast zur Mitte des Bauches der Vorlage reichen. Man gibt zuerst ein schwaches Feuer, welches nach und nach verstärkt wird, heitzt so lange, bis keine Säure mehr abtropft, und erkennt das Ende der Operation daran, dass der Retorteninhalt ruhig wie Oel fliesst. Als Brennmaterial kann man Holz oder Steinkohlen, jedes einzeln für sich, brennen; besser ist's jedoch, bei dieser Art von Oefen, Kohlen als Hauptbrennmaterial und nebenbei, namentlich gegen das Ende der Operation, bei dem (sogenannten) Abfeuern, etwas Holz zu verwenden. Nach dem vollständigen Erlöschen des Feuers werden die Thüren geöffnet, um die Oefen abzukühlen, und nach 6 bis 8 Stunden werden die Retorten herausgenommen und zerschlagen, weil sie nicht weiter gebraucht werden können, und die Brode (doppelt-schwefelsaures Natron) zur Verwerthung von Soda aufgehoben oder einfach schwefelsaures Natron in Krystallen daraus gewonnen. Der Sand wird mittelst eines grossen eisernen Löffels aus den Kapellen genommen und zum schnelleren Abkühlen auf dem Ofen ausgebreitet; sobald Alles ziemlich abgekühlt, werden die Kapellen mit frischen Ansätzen beschickt.

Die erhaltene Säure wird mit Regen- oder Flusswasser zu einem spec. Gew. = 1,33 oder 36° B. gemischt und von dieser Stärke als gewöhnliche Salpetersäure oder Scheidewasser in den Handel gebracht. Sie hat eine gelbliche Farbe, welche sich nach und nach verliert; will man dieselbe schnell wasserhell haben, so ist nur nöthig, sie in Retorten mit angelegten Vorlagen stark zu erhitzen und dann erst mit Wasser zu oben erwähnter Grädigkeit zu verdünnen. Uebrigens habe ich die Entfernung der Untersalpetersäure, welche die Färbung der Salpetersäure bedingt, meistens dadurch erzielt, dass ich dieselbe in grossen, mehr hohen

Digitized by Google

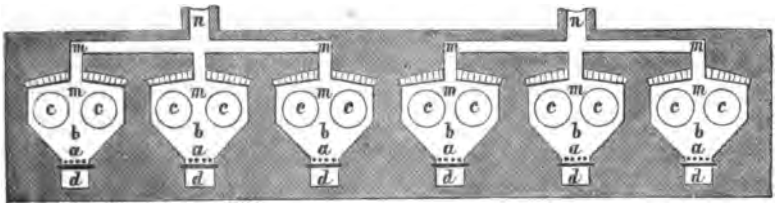
als weiten Flaschen auf dem flachen Dache eines Gebäudes der Luft aussetzte, wodurch dieselbe nach einigen Tagen vollkommen gebleicht wird und Kosten erspart werden.

Es wurden von 384 Pf. Natronsalpeter und 336 Pf. Schwefelsäure zu 60 ° B. erhalten 480 bis 490 Pf. Salpetersäure zu 36 ° B. und zwischen 364 bis 370 Pf. Glaubersalzbrode, d. i. für 1000 Pf. Salpeter von 1224 bis 1276 Pf. Säure zu 36 °.

b. Destillation in Cylindern. Ehe ich die Arbeitsmethode nebst ihren Einzelheiten beschreibe, wird es nöthig sein, zuvor eine Skizze des Apparates mitzutheilen, welche ich sammt den Dimensionen u. s. w. im Nachstehenden folgen lasse.

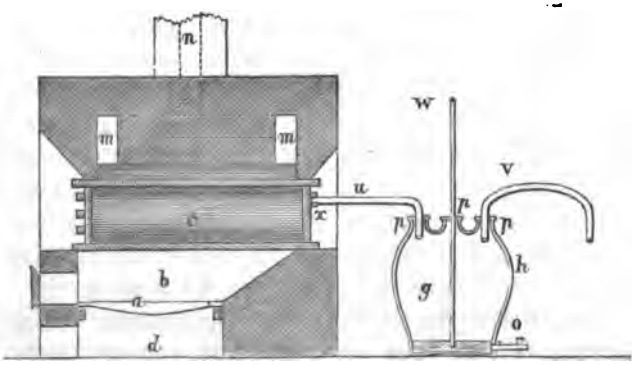
Figur 8. Ist ein Ofen im Breitedurchschnitt mit 12 Cylindern; jedes Cylinderpaar wird durch ein Feuer geheitzt.

Fig. 7.



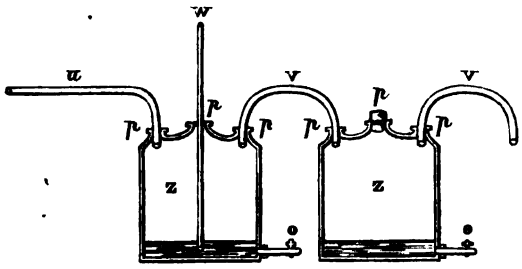
Figur 9. Gibt die Ansicht eines Ofens mit zwei Cylindern im Längendurchschnitt, von denen jedoch nur einer C gezeichnet worden ist.

Fig. 8.



Digitized by Google

Nr. 9.



a ist der Rost; b der Feuerraum, in welchem die Cylinder liegen; d der Aschenfall; m m sind die Züge; n der Schornstein oder Esse und x ist eine an den Hinterdeckel des Cylinders gegossene kurze Röhre zur Aufnahme der Verbindungsröhre u.

Die Cylinder sind aus gleichförmigem, nicht zu weichem Gusseisen, 6 Fuss, lang, bei einem Durchmesser im Lichten zu 2 Fuss; das Eisen muss gut $\frac{7}{8}$ bis 1″ und allenthalben gleichmässig dick sein. Die Cylinder sind vorn und hinten offen, jedoch 2″ von jeder Mündung ist inwendig ein 1″ tiefer Rand oder eine vorspringende Krämpe angegossen, gegen welche sich die gusseisernen Deckel genau anschliessen. Der Vorderdeckel mag etwas williger sich anlehnen, weil derselbe öfters herausgenommen wird. Der Durchmesser der Deckel ergibt sich von selbst zu $1\frac{1}{4}\frac{5}{6}$ bis beinahe 2″; sie sind gut $1\frac{1}{8}$″ dick. Der vordere hat in der Mitte ein rundes Loch von $1\frac{1}{2}$″ im Durchmesser und der hintere ein solches von $2\frac{1}{8}$″, welches jedoch nicht in der Mitte, sondern $2\frac{1}{2}$″ vom Rande entfernt, angebracht ist. Der Hinterdeckel wird mittelst des bekannten, aus Eisenfeile, Salmiak, Schwefel und Blut — in Ermangelung des letzteren kann auch Essig oder Urin angewandt wurden — bestehenden Cements eingekittet, und sollte dann und wann die Rundung mangelhaft sein, dann hilft man sich durch sogenanntes Verkorken mit Stückchen von Gusseisen.

Den Hinterdeckel habe ich oftmals durch einen genau behauenen Sandsteindeckel ersetzt, den ich auf beiden Seiten mit einem frischbereiteten, aus 1 Th. Ziegelsteinpulver, 2 Th. feindurchgesiebtem Hammerschlag, 3 Th. durchgesiebtem Kalkhydrat und $\frac{1}{4}$ Th. feindurchgesiebtem Quarzsand bestehenden und mit Blut zum Brei angerührten Cement überziehen liess, und es hat ein solcher sehr viele Operationen ausgehalten, sobald man die nöthige Sorge trug, dass der Ueberzug gehörig erhärtet war. Auch lässt

Digitized by Google

ein solcher Deckel sich aus gut gebrannten Backsteinen, die man mit vorerwähntem Kitt zusammenfügt und nach Aussen überzieht, herstellen, und bei sorgfältiger Behandlung hält ein solcher eine gute Zeit aus.

Das oben erwähnte Verbindungsrohr u ist einschenkelig und aus gut gebranntem Steingut, 2″ stark und 1¼″ weit im Lichten und mündet etwa 2 bis 3″ unterhalb dem Tubus in den Recipient y oder z ein. Die Vorlagen (*receivers*) y oder z sind von Steingut, fest und undurchdringlich gebrannt; sie sind 3′ hoch und bei h 2′ weit. Manche wenden die Form y an, andere wieder die Form z; letztere lassen sich von den Töpfern leichter anfertigen, wiewohl die ersteren beim Gebrauch den Vorzug verdienen. Die kurzen Röhren p p p oben an der Vorlage sind 2″ hoch und haben einen Durchmesser von 2⅛ bis 2⅛″. — o o o sind gut gebrannte thönerne oder gläserne Hähne — die thönernen besser, weil nicht so leicht zerbrechlich als letztere, und auch nicht so theuer — zum Ablassen der Säure, welche ½″ über dem Boden gut eingeschmirgelt sind und ausserdem noch mit einem Kitt festlutirt werden. Den Kitt, dessen ich mich hierzu und für manche andere Fälle bediene, fertige ich auf die Weise an, dass ich in 5 Pf. heissen Leinöls ⅛ Unze gepulverten Schwefel auflöse, dann 1 Pf. feinzerschnittene Caoutchouc-Abfälle hinzuthue und unter stetem Umrühren so lange sieden lasse, bis Alles aufgelöst, respective fein zertheilt ist. Von dem erkalteten Gemisch nehme ich eine ausreichende Menge, und stosse damit im eisernen Mörser so viel feingepulverten Schwerspath und so lange zusammen, bis dadurch eine gleichförmige zähe Masse erhalten wird. — v v v sind krumme Verbindungsröhren von Steingut und müssen ebenfalls gut gebrannt sein. — w ist eine Sicherheitsröhre von Glas oder gebranntem Thon, welche jedoch nur in der, dem Cylinder am nächsten, ersten Vorlage gebraucht wird. Zum Lutiren der Verbindungsröhren der Cylinder mit den Vorlagen bediene ich mich des oben erwähnten Schwerspath-Kitts, und ist man beim Zusammensetzen des Apparates auf das gehörige Antrocknen bedacht gewesen, so widersteht derselbe für sehr lange Zeit der Säureeinwirkung und lässt kein Gas durch; jedoch habe ich auch stets noch einen andern Kitt vorräthig, welcher billiger und aus gepulvertem und gesiebtem Thon und Leinöl (Thonkitt) zusammengeknetet ist, um mittelst desselben den Vorderdeckel in den Cy-

Digitized by Google

linder hineinzupassen und anderweitig Fugen und kleine Oeffnungen damit auszustreichen.

Sind die Apparate so weit in Stand gesetzt, dass die Vorlagen mit den Cylindern durch die Röhren dicht verbunden sind, dann giesst man 2 bis 3 Quart Wasser durch das Sicherheitsrohr in den ersten Recipienten, 3 bis 4 Quart durch den mittleren Tubus in den zweiten, 2 bis 3 Quart in den dritten und in den vierten und fünften je 1 bis 2 Quart Wasser. Die mittleren Oeffnungen der zweiten, dritten und vierten Vorlage werden mit gut passenden Thonstöpseln verschlossen und mit Schwerspath- oder Thonkitt lutirt; die Oeffnung in der fünften Vorlage wird nicht dicht verschlossen, sondern mit einer Scheibe von Steingut oder Glas lose bedeckt.

In jeden der Cylinder bringt man nun 160 Pf. Natronsalpeter, verstreicht den Rand des Deckels mit Thonkitt, presst und klopft denselben in den Cylinder hinein und hilft, wenn nöthig, durch Verkorken mit Eisenstückchen nach, verstreicht darauf mit einem Gemenge von Lehm und Rossäpfeln, und überzieht schliesslich die Stellen noch mit einem dicken Lehmwulst. In manchen Fabriken hat man nur 4 bis 6 Cylinderpaar, in andern doppelt so viele und noch mehr. Sei dem, wie ihm wolle; man richtet sich so ein, dass diejenigen Cylinder, welche heute mit Salpeter beschickt, morgen erst in Betrieb gesetzt werden, um das Klebwerk gehörig trocken werden und die Cylinder sich etwas abkühlen zu lassen.

Fig. 10.

Den andern Tag giesst man nun mittelst eines krummen Trichters q von Blei oder Steingut 140 Pfund Schwefelsäure zu 60 ° B. durch das runde Loch in den Cylinder, verschliesst dasselbe mit einem gebrannten Thonstöpsel, verstreicht mit Lehm und Rossäpfeln, und schiebt durch zwei im Mauerwerk einander gegenüber eingelassene Zungen oder Zwängen eine viereckige eiserne Stange so vor den Deckeln des Cylinderpaares entlang, dass die Stöpsel zugleich mit eingezwängt werden.

Anfangs wird gelindes Feuer gegeben, welches nach und nach gesteigert und so lange unterhalten wird, als noch rothe Dämpfe bemerkt werden, oder besser, bis das irdene Rohr, welches direkt mit dem Cylinder in Verbindung steht, kalt wird, worauf man dann ein starkes Feuer zum sogenannten Abfeuern gibt; die Destillation ist in 14 bis 16 Stunden beendigt.

Digitized by Google

Die Stärke der erhaltenen Säure ist in den verschiedenen Vorlagen sehr verschieden; in der ersten, dem Cylinder am nächsten, ist dieselbe am beträchtlichsten, und zeigt von 41 bis 43° B. und oft mehr, und nimmt allmälig bis zur letzten Vorlage ab. Die Säure im ersten Recipienten ist durch Schwefelsäure, Untersalpetersäure, Chlorgas verunreinigt; die in dem zweiten und dritten durch Untersalpetersäure; die Säure in den letzten Vorlagen wird bei der folgenden Destillation in der zweiten und dritten wieder vorgeschlagen. Die gewonnene Säure wird nun. je nach den Zwecken zu 38 oder zu 36° gemischt und, in offenen Flaschen der Luft ausgesetzt, gebleicht. Die Ausbeute an Salpetersäure fand ich in allen Cylinder-Operationen nie genau übereinstimmend, doch habe ich niemals weniger von 1000 Pf. Natronsalpeter erhalten als 1290 Pf. Säure, meistens zwischen 1380 bis 1430 Pf. zu 36° gemischt; und es haben mich meine Erfahrungen gelehrt, dass bei den angegebenen Verhältnissen des Salpeters und der Schwefelsäure man bei der Destillation in Cylindern mehr Salpetersäure erhält, als bei der aus gläsernen Retorten in Galeerenöfen.

Zu bemerken ist noch, dass die Cylinder da, wo sie dem Feuer am meisten ausgesetzt sind, d. i. gerade über dem Rostheerde, am meisten leiden, welches sich dadurch zu erkennen gibt, dass sie an der Stelle sich senken oder bauchig werden. Sobald solches bemerkt wird, muss man sie drehen; und erhält ein Cylinder mit der Zeit ja ein Loch oder einen Bruch, so ist's nicht nöthig, denselben gleich als unbrauchbar zu betrachten. Man kann einen solchen zum Gebrauch wieder tauglich machen, dass man in ein passendes Stück Gusseisen — in Ermangelung eines solchen kann allenfalls auch dickes Dampfkessel-Eisen genommen werden — und in den Cylinder selbst Löcher bohrt, ersteres auf den letzten aufnietet, mit Eisencement verstreicht und dann für einige Tage anrosten lässt, ehe man den Cylinder wieder in Gebrauch nimmt.

1280 Pf. Natronsalpeter	Erhalten
1120 Pf. Schwefelsäure zu 60° B.	1766 Pf. Salpetersäure
Cemente u. s. w. 7½ Sgl. = (18 Ctr.)	zu 36° B. od. 1,33 sp. G.
634 Pf. Steinkohlen und 50 bis 60 Pf. Kiefernholz	und
2 Arbeitslöhne	1164 Pf. Glaubersalzkuchen.

B. Rauchende Salpetersäure, — $NO_5 + HO$. (Rauchender Salpetergeist; Acidum nitricum fumans, Spiritus nitri

Digitized by Google

fumans Glauberi; Acide azotique ou nitrique monohydraté; Nitrous acid.)

Es wird meistens vorgezogen, diese Säure aus dem Kalisalpeter darzustellen, weil das Gemisch stark aufschäume; jedoch ist es mir aus Natronsalpeter ebenso gut gelungen, nachdem ich das Salz, auf Span- oder Basthorden ausgebreitet, im Trockenhause ausgetrocknet und das feinere durch ein grobes Drahtsieb abgeschlagen hatte. Die Destillation dieser Säure kann gleichwohl wie die der gewöhnlichen Salpetersäure im Galeerenofen geschehen.

In jede Retorte werden 24 Pf. des scharf ausgetrockneten grobkörnigen Salpeters gegeben, und darauf 16 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. oder von einem spec. G. = 1,845 hinzugefügt. Die Destillation wird ebenso geleitet, wie in dem Artikel „gewöhnliche Salpetersäure" angegeben worden ist; als Vorlagen wendet man nur gläserne an. Von 192 Pf. salpetersaurem Natron und 128 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. wurden erhalten 123½ Pf. rauchende Salpetersäure zu 1,48 spec. G. oder 47° B. und 185 Pf. doppeltschwefelsaures Natron. — 192 Pf. Kalisalpeter und 128 Pf. Schwefelsäure gaben 122 Pf. rauchende Salpetersäure zu 1,50 sp. G. oder 48° B. und 184 Pf. doppeltschwefelsaures Kali.

Die rauchende Salpetersäure enthält Untersalpetersäure, und nach dem verschiedenen Gehalte an derselben erscheint sie dunkelroth oder gelbroth, stösst an der Luft rothe Dämpfe von Untersalpetersäure aus und hat gewöhnlich ein spec. G. zwischen 1,48 bis 1,50. Wird dieselbe mit Wasser verdünnt, so erfolgt ein Farbenwechsel, die Säure wird nach und nach gelb, grün, blau, zuletzt bei vielem Wasser farblos.

C. Reine Salpetersäure. (Acidum nitricum purum; Acide nitrique pur.; Pure nitric. acid.)

Früherhin reinigte man die Salpetersäure auf die Weise, dass man aus der gewöhnlichen Säure das Chlor durch salpetersaures Silber entfernte, die geklärte Flüssigkeit von dem entstandenen Chlorsilber abgoss, aus derselben die Schwefelsäure durch salpetersauren Baryt präcipitirte und, nachdem auch der hier erzeugte Niederschlag sich gelagert, die klare Säure rectificirte. Ich befolgte gleichfalls diesen Weg bis Juni 1828, fand dann aber, dass die reine Salpetersäure ohne Anwendung der vorhin erwähnten Salze, und zwar durch fractionirte Destillation aus dem Salpeter selbst, besser aber aus der gewöhnlichen Säure erhalten werden könne.

Digitized by Google

Bei der Destillation der reinen Säure direct aus Salpeter ist zu bemerken, dass man einen solchen anwenden muss, welcher nicht zu viel Chlorverbindungen enthält, um nicht zu viel chlorhaltige Säure zu bekommen; dass man zu Anfang der Destillation ein nicht zu gelindes Feuer gebe, dessen Unzweckmässigkeit bei mehreren hinter einander bewerkstelligten Destillationen ich nur zu deutlich wahrgenommen habe; denn wenn bei Zersetzung des Kalisalpeters durch Schwefelsäure ich gleich ein starkes Feuer gab, erhielt ich aus 34 Pf. Salpeter nur 11 Pf. unreine Salpetersäure, während zu Anfang langsam gefeuert aus derselben Quantität desselben Salpeters 18 bis 19 Pf. solcher Säure erhalten wurden. Geben die überdestillirenden Tropfen mit salpetersaurem Silber keine Trübung mehr, dann wird die Vorlage entfernt und eine andere mit reinem destillirtem Wasser gut ausgespühlte vorgeschoben, auch ist's gut, in diesem zweiten Kolben etwas destillirtes Wasser vorzuschlagen. Es wurden aus 34 Pf. gewöhnlichen engl. oder ostindischen Salpeters an ordinairem Scheidewasser 1½ Pf. zu 1,33 spec. G. und an reiner Säure 28½ Pf. zu 1,260 spec. G. gewonnen.

Einen vollkommen reinen Artikel erhält man aus der gewöhnlichen Säure, wenn man dieselbe über etwas reinen Salpeter rectificirt. Sobald die Säure kocht, werden Chlor, Jod und Unterj salpetersäure ausgetrieben, und wenn in der nun überdestillirenden Säure durch Silbersolution keine Trübung mehr verursacht wird, wechselt man die Vorlage und destillirt bis auf einige Unzen Rückstand.

360 Pf. aus Natronsalpeter in Retorten destillirter Säure zu 1,37 spec. G. wurden im Galeerenofen in 8 Kapellen gereinigt; jede Retorte enthielt 45 Pf. gedachter Säure und 2 Unzen gereinigten Kalisalpeters. An Brennmaterial wurde ¼ Klafter Kiefernholz verbraucht, bei einem Arbeitsaufwande von 1½ Tagelohn, und zum Verdünnen der reinen Säure waren 110 Pf. destillirtes Wasser erforderlich. Es wurden erhalten: 106 Pf. sehr chlorhaltige Säure zu 1,250 spec. G., dann 70 Pf. gewöhnliches Scheidewasser zu 1,33 spec. G. und 374½ Pf. chemisch reine Säure zu 1,220 sp. G.

In einem quadratischen Ofen mit 4 Kapellen, je 2 einander gegenüber liegend und durch ein Feuer geheitzt werdend, wurden vier Retorten eingelegt, deren jede mit 2 Unzen gereinigten Salpeters und 42½ Pf. roher, aus Natronnitrat in Cylindern destillirter Salpetersäure zu 40° B. beschickt wurde. Von den angewandten

Digitized by Google

170 Pf. erhielt man 112 Pf. chemisch reiner Säure zu 1,400 sp. G. oder zu 41 ° B. und an roher Säure mit Wasser zu 36 ° B. = 1,330 spec. G. gemischt 80 Pf.

An harter Steinkohle (Anthracit) wurden 150 Pf. verbraucht und für Arbeit ein Tagelohn in Rechnung gebracht.

Verkohlung thierischer Substanzen und ihre Produkte.

Zur trocknen Destillation thierischer Stoffe, um Ammoniak und Thierkohle zu erzeugen, habe ich mich meistens der Knochen von Pferden, zum geringen Theil auch der von Rindvieh, Schweinen, Schafen u. dgl. (Sammelknochen, so genannt, weil sie von armen Leuten aufgelesen wurden), der Rindshörner, der Hufe und Klauen von Pferden und Kühen, ferner der Hornspäne und Hornabfälle von Drechslern und Kammmachern und auch des Pferdefleisches bedient.

Die Hornabfälle von Drechslern und Kammmachern geben das meiste Ammoniak, und die von ihm erhaltene ammoniakalische Auflösung zeigt ein spec. Gew. von 1,015 bis 1,022, während die festen Knochen einen Spiritus geben, welcher selten ein spec. G. von 1,012 hat, sondern meistens schwächer ist. Pferdeknochen und solche von gefallenen Thieren, wie überhaupt alle Knochen, die vorher nicht ausgekocht waren, müssen durch Abliegen an freier Luft einige Zeit hindurch abgetrocknet werden, ehe man sie zur Destillation verwendet. Sammelknochen geben in der Regel noch weniger Ammoniak, als die eben erwähnten, und die geringste Menge desselben erhält man von Fleisch, wiewohl die Spiritusmenge grösser ist, als von den übrigen thierischen Substanzen. Die an der Luft zum Abtrocknen gelegenen Knochen werden vor dem Gebrauch etwas zerschlagen, und das in den Beinknochen enthaltene und bei dieser Arbeit sichtbar werdende markige Fett kann, da es kein Ammoniak gibt, herausgenommen und zu Seife benutzt werden. Manche kochen die an der Luft abgelagerten Knochen sammt und sonders vorher aus, um so mehr Fett zu erhalten; doch habe ich gefunden, dass Arbeitszeit und Feuerung selten dadurch gedeckt werden.

Beinknochen von Schafen, welche in Papierfabriken zur Leimbereitung gedient, habe ich, um dieselben zu Knochenkohle zu

Digitized by Google

verwerthen, in der Mühle etwas zerstampfen lassen, mit rohem thierischem Oel gemengt und mit dieser Masse irdene Töpfe gefüllt. Dieselben wurden in einem Ofen übereinander aufgeschichtet, die obersten mit Deckeln versehen, dann sämmtliche Fugen mit einem Gemenge von Lehm und Rossäpfeln verstrichen und darauf gebrannt, wodurch man ein sehr schönes Knochenschwarz erhielt. Ebenso wurde die in Zuckerfabriken bereits gebrauchte Knochenkohle dadurch wieder zu Gute gemacht, dass man sie gleichfalls auf die so eben angegebene Art in Töpfen brannte, obschon das Imprägniren derselben mit thierischem Oel nicht immer erforderlich ist.

Es mag nicht überflüssig sein, hier zu bemerken, dass man ein sehr gutes Material zum Entfärben mancher Flüssigkeiten erhält, wenn man einen fetten, nicht zu sandigen Thon trocknet und pulvert, das gröbliche Pulver mit rohem Hornöl oder mit Steinkohlentheer zu einer Masse anknetet und daraus Kugeln formt. Diese Kugeln werden, wie vorstehend beschrieben, in Töpfen gebrannt, nachher unter Steinen gemahlen und als gröbliches Pulver angewendet.

Die Produkte bei diesem Verkohlungsprocesse sind verschiedene Gase, Schwefel- und Cyanverbindungen. Wasser (zugleich als Edukt), brenzlich kohlensaures Ammoniak, in fester Form sowohl — Hirschhornsalz — als auch aufgelöst — Hirschhornspiritus —, dickflüssiges Oel Hirschhornöl — und Thierkohle.

Zur Destillation habe ich mich sowohl gusseiserner Blasen mit dergleichen Hüten oder Helmen, als auch gusseiserner Cylinder bedient; ersteren gebe ich in mehrfacher Beziehung den Vorzug, und letztere benutzte ich meistens nur zum Nach- oder Schwarzbrennen der Knochen.

Die kesselförmige Blase hat einen convexen Boden, und da derselbe mehr leidet als die Wände und überhaupt als das Obertheil, so liess ich späterhin eine jede aus zwei Theilen giessen, damit, wenn durch längeren Gebrauch der Boden als zu abgenutzt sich erwies, das Obertheil noch benutzt und nur in einen neuen Boden eingesetzt zu werden brauchte.

Zu näherer Erläuterung lasse ich hier Zeichnungen nebst Dimensionen folgen.

Digitized by Google

Fig. 11.

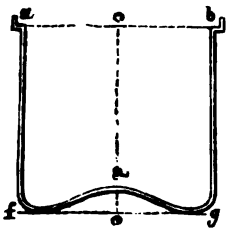


Fig. 12.

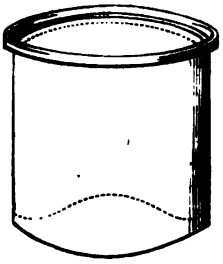


Fig. 13.

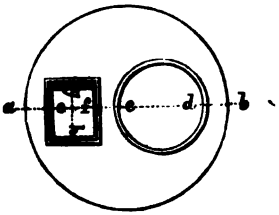


Fig. 14.

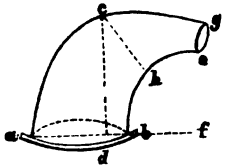


Fig 15.

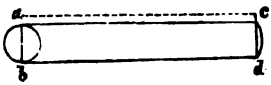


Fig. 11. Eiserner Blasenkessel (Hornkessel) im Höhendurchschnitt.

a — b zwischen dem Falz 36 Zoll; der Falz $1\frac{1}{2}$ Zoll breit; c — d Tiefe bis zum Boden 26 Zoll; c — e Tiefe bis zur Horizontallänge 32 Zoll; f — g unterer Durchmesser 32 Zoll. Die Biegungen bei f und g dürfen nicht zu scharf sein. Eisenstärke $1\frac{1}{4}$ Zoll, nach dem Boden stärker zulaufend bis zu $1\frac{1}{8}$ Zoll.

Fig. 12. Seitenansicht des Blasenkessels.

Fig. 13. Deckel zu dem Kessel. Derselbe hat eine Eisenstärke von $\frac{3}{4}$ Zoll. Der Falz ist auf die Platte als Leiste $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$ Zoll stark aufgegossen. a — b ganzer Durchmesser 36 Zoll; c — d Durchmesser, worin das Horn, der Hut oder Helm tritt, $18\frac{1}{2}$ Zoll; e—f Breite der Klappe 10 Zoll; g — h Länge derselben 12 Zoll.

Fig. 14. Der Helm oder das Horn mit folgenden Dimensionen.

a — b unterer Durchmesser $18\frac{1}{2}$ Zoll; c — d grösste Höhe 24 Zoll; c — h Durchmesser daselbst 13 Zoll; e—f Höhe von der Horizontallinie 17 Zoll; c — g Länge der Röhre oder des Helmhalses 19 Zoll; g—e Durchmesser der Röhre incl. Eisenstärke 6 Zoll.

Digitized by Google

Fig. 15. Verbindungsrohr des Helms mit der Vorlage. a—c Länge 42 Zoll; a—b oberer Durchmesser im Lichten 6 Zoll; c—d unterer Durchmesser im Lichten 5 Zoll.

Fig. 16.

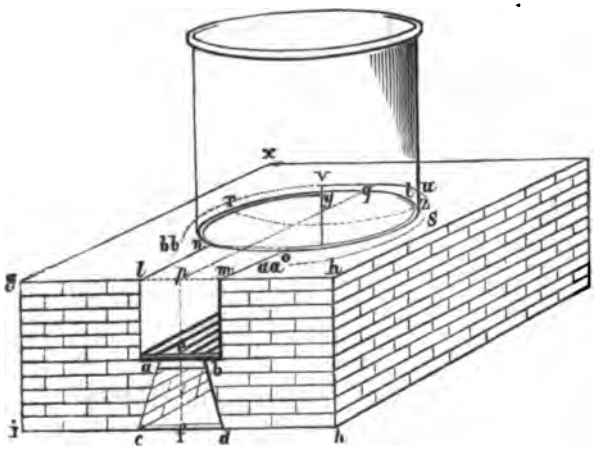


Fig. 17.

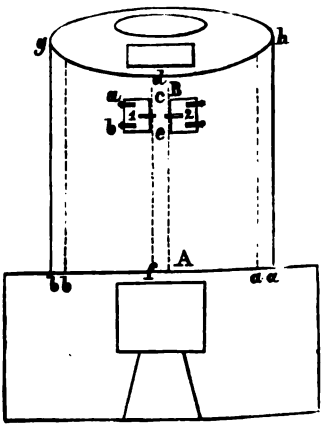


Fig. 16 und 17. Mauerwerk zum Hornkessel.
Nr. 6. a—b obere Breite des Aschenfalls 10 Zoll; e—f Höhe desselben 14 Zoll; a—c und b—d Seitenwand 14½ Zoll; c—d untere Weite desselben 13½ Zoll; g—h Breite des ganzen Mauerwerks 5½ Fuss; g—x Tiefe des ganzen Mauerwerks 5 Fuss; g—i Höhe desselben 33 Zoll; l—m und l—a und p—e Breite des Feuerlochs, welches quadrat ist, 16 Zoll; l—n das Feuerloch geht gerade aus 15 Zoll, erweitert sich von n—o zu 22 Zoll, dehnt sich nach beiden Seiten aus bis zur grössten Weite, welche bei r—s 30 Zoll beträgt und geht dann wieder zusammen; p—q 43 Zoll; y—z 22 Zoll; von t—u 6 Zoll zurücktretend und den Bogen v—u bildend, welcher 34 Zoll enthält. Der Kessel selbst beschreibt einen Zirkel n o z y mit seinem Boden über diesem Mauerwerk, der Platz l m n o wird mit einer eisernen Platte bedeckt und bei y v u z spielt die Flamme hindurch und zieht in einem Zirkel von u—aa und v—bb einen halben Fuss um den Kessel herum. Das Mauerwerk wird daher einen Stein dick, wie Figur 7 zeigt, um den

Digitized by Google

Kessel gemauert und oben unter dem Putz des Kessels zugedeckt.

Fig. 17. Von A—B wird eine Zunge von einem Stein dick bis an die Zuglöcher 1 und 2 gemauert, welche a—b 6 Zoll Höhe und a—c 5 Zoll Breite haben, und c—d 4 Zoll von der Höhe und e—f 22 Zoll von dem Feuerherde entfernt sind. Der Kessel incl. Mauerwerk hat oben bei g—h einen Durchmesser von 56 Zoll. — Der Feuerherd ist nicht flach, sondern steigt, nicht nur nach beiden Seiten, sondern auch besonders hinten nach dem Zuge an, so dass r—s $9\frac{1}{2}$ Zoll von a—b ein Stein schräg angelegt wird, gegen den Herd gestemmt, während doch die Mauer selbst bis t 14 Zoll tiefer geht. Die Roste, 32 Zoll lang, sind von Gusseisen.

Fig. 18 A und B.

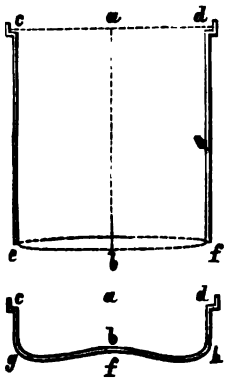


Fig. 18 B.

Fig. 19 A und B.

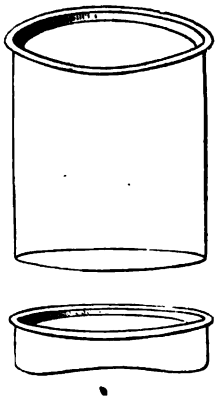


Fig. 19 B.

Fig. 18 und 19. Hornkessel in 2 Theilen gegossen mit convexem Boden.

Fig. 18 A. Obertheil ein an beiden Enden offener Cylinder. a—b Höhe des Cylinders 2 Fuss 10 Zoll; c—d zwischen dem Falz 3 Fuss 6 Zoll, der Falz $1\frac{3}{4}$ Zoll, Dicke der Krämpe 1 Zoll; e—f unterer Durchmesser 3 Fuss 5 Zoll. Eisenstärke $1\frac{1}{4}$ Zoll.

Fig. 18 B. Untertheil oder Bodenstück, in welches der Cylinder 18 A genau passen muss. a—b Tiefe bis zum Boden 1 Fuss; a—f Tiefe bis zur Horizontallänge

Digitized by Google

14 Zoll; g—h unterer Durchmesser 3 Fuss 6 Zoll; c—d zwischen dem Falz (wie der untere Durchmesser in 18 A) 3 Fuss 5 Zoll, Breite des Falzes richtet sich nach dem äussern Durchmesser des Cylinders, d. i. $1\frac{1}{2}$ bis $1\frac{3}{4}$ Zoll, Höhe des Falzes 2 Zoll. Stärke des Eisens oben $1\frac{3}{8}$ bis $1\frac{1}{2}$ Zoll, nach dem Boden von $1\frac{7}{8}$ bis $1\frac{15}{16}$ Zoll zulaufend.

Fig. 19 A und B. Seitenansicht beider Theile.

Fig. 20.

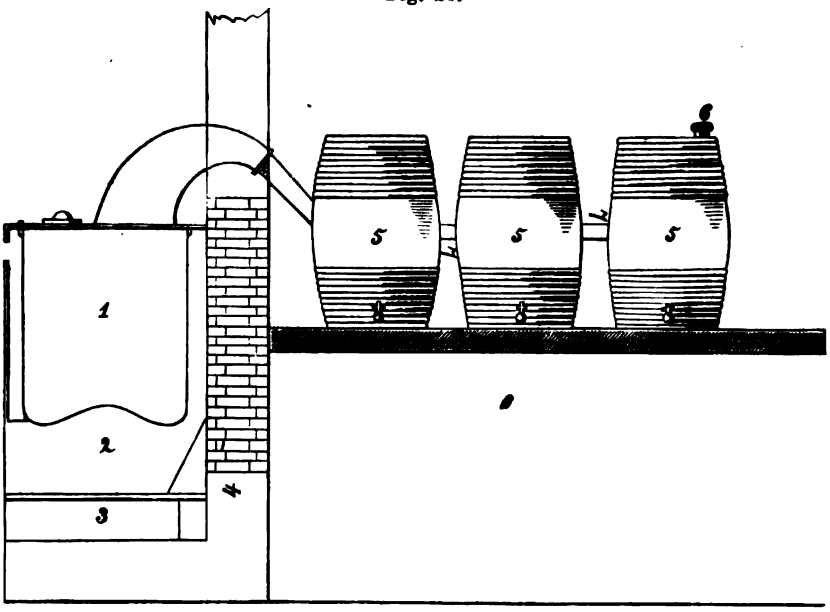


Fig. 20. Zusammengesetzter Verkohlungsapparat.
1. Blasenkessel mit Helm und Rohr; 2. Feuerloch; 3. Aschenloch; 4. Brandmauer; 5 5 5. Vorlagen mit (♁ ♁ ♁) Hähnen; 6. Spund; 7. eiserne Verbindungsröhren.

Die Fässer, 3 bis 4 Stück, sind $5\frac{1}{2}$ Fuss hoch, die beiden letzten sind während der Destillation mit Holzspunden lose verschlossen und dienen als Sicherheitsventile, falls Explosionen entstehen sollten; die gusseisernen Röhren, welche die Fässer unter einander verbinden, sind eine jede von 12 Zoll Länge bei einem Durchmesser von 4 bis $4\frac{1}{2}$ Zoll im Lichten und $\frac{1}{8}$ Zoll stark; es können ebensowohl bleierne von derselben Länge und Durchmesser angewendet werden, doch sind die ersteren besser. Die Fässer,

Digitized by Google

welche am besten ausserhalb des Gebäudes unter einem Schuppen aufgestellt werden, übertüncht man von Zeit zu Zeit mit Kalkmilch und vorzüglich die oberen Böden derselben. Nachdem der Fässerapparat mit dem Blasenkessel verbunden und sämmtliche Fugen mit Lehm und Rossäpfeln verstrichen sind, füllt man denselben durch das im Deckel befindliche viereckige Klappenloch bis zu etwa $\frac{7}{8}$ seines Rauminhalts mit zerschlagenen Knochen an, verschliesst mit der Klappe, verstreicht auch hier die Fugen mit Rossäpfel-Lehmkitt und befestigt über derselben weg einen eisernen Riegel oder ein starkes Spannholz. Es wird erst langsam, nach und nach stärker, bis zur mässigen Rothglühhitze gefeuert. Sobald das weite Eisenrohr, welches den Helm mit dem Fässerapparate verbindet, anfängt kalt zu werden, ist die Destillation als beendet anzusehen. Man lässt nun die Blase abkühlen, was man dadurch unterstützen kann, dass man die Thür des Feuerraumes ein wenig öffnet und holt darauf, sobald die innere Hitze im Kessel es zulässt, die Kohlen mittelst eines hakenförmigen, mit langem Stiel versehenen eisernen Löffels heraus, bringt dieselben in eiserne Trommeln (Dämpfer), aus Dampfkessel-Eisen gefertigt, stülpt über diese gut schliessende Deckel, die man zur Sicherheit, um das Eindringen von Luft zu verhindern, an den Fugen mit Lehm verstreicht, und lässt völlig kalt werden, ehe man die Dämpfer zur Herausnahme der Knochenkohle öffnet.

Fig. 21.

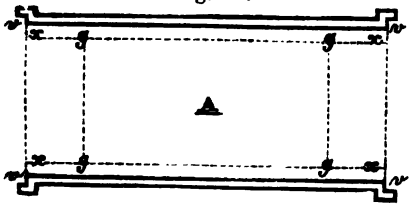


Fig. 21 B.

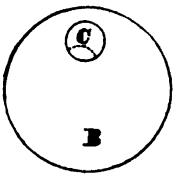
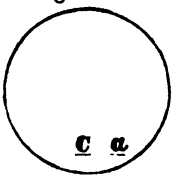


Fig. 21 C a.



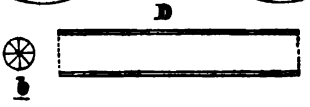


Fig. 21 C b.

Fig. 21 E.

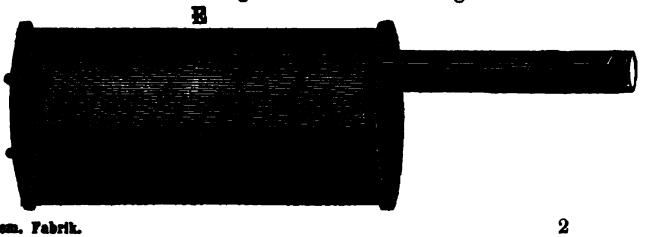


Fig. 21 D.

Digitized by Google

Fig. 21. Eiserner Cylinder zum Knochenbrennen.

A. Längendurchschnitt des Cylinders. Ganze Länge desselben 4 Fuss; xxxx innere Länge 3 Fuss 8 Zoll; yyyy Durchmesser 19 Zoll; Durchmesser bei vvvv 21 Zoll; der Falz bei vvvv 2 Zoll lang und 1 Zoll hoch. Eisenstärke 1 bis $1\frac{1}{8}$ Zoll.

B. Hinterer Deckel. Durchmesser desselben $20\frac{3}{4}$ Zoll. Eisenstärke $1\frac{1}{2}$ Zoll. Das Loch c im Deckel hat 6 Zoll im Durchmesser, mit einem etwa $1\frac{1}{2}$ Zoll hervorstehenden Rande.

C a und C b. Vorderdeckel. Durchmesser $20\frac{3}{4}$ Zoll. Eisenstärke $1\frac{1}{2}$ Zoll; xx in C b sind 2 Handhaben, jede 4 Zoll lang, unten, wo sie auf dem Deckel aufsitzen, etwa $1\frac{1}{2}$ Zoll stark und laufen nach oben etwas verjüngt aus.

D. Ein eisernes Rohr, welches den Cylinder mit dem ersten Fasse verbindet; Länge desselben $2\frac{1}{4}$ Fuss, Durchmesser im Lichten 5 Zoll; Eisenstärke $\frac{3}{8}$ Zoll. Die Fässer, welche dem ersten im Apparate folgen, werden wie in Nr. 10 durch 12 Zoll lange eiserne Röhren miteinander verbunden. In das $2\frac{1}{4}$ Fuss lange eiserne Rohr wird eine gusseiserne Roste b eingesetzt, damit kleinere Kohlen dasselbe nicht verstopfen.

E. Seitenansicht des Cylinders mit Rohr.

Was nun die Verkohlung im Cylinder anbelangt, so wird derselbe natürlich durch die vordere Oeffnung bis zu $\frac{7}{8}$ seines Inhalts mit Knochen o. dgl. beschickt, alsdann wird in den Falz desselben rund herum etwas des ofterwähnten Lehmkitts gestrichen und der Deckel hineingeklemmt, darauf streicht man die Fugen noch mit demselben Kitt aus und schiebt eine dicke Eisenstange durch zwei im Mauerwerk eingelassene Haken vor den Deckel hin. Das Uebrige, was bei der Verkohlung im Kessel gesagt worden ist, gilt auch hier, und ist das eine oder das andere Destillirgeschirr entleert, so wird es gleich wieder mit einer frischen Menge Knochen geladen.

Während der Dauer einer Operation hat der oder die Arbeiter die Knochen zu sortiren. Diejenigen Knochen, welche durchweg schwarz, werden in der Mühle unter Steinen gemahlen und gesiebt, sei es als gröberes Pulver für Zuckerfabriken oder im feingepulverten Zustande als Bein- oder Elfenbeinschwarz für Schuhwichse u. dgl. m.; diejenigen Knochen aber, welche bräunliche

Digitized by Google

Farbe besitzen, werden gesammelt und später, wenn man einen genügenden Vorrath an Hand hat, um viele Operationen hinter einander durchmachen zu können, in einem Cylinder nochmals gebrannt, oder bei Luftzutritt (— im offenen Feuer —) weiss gebrannt und zu Phosphorsäure benutzt. Für den ersten Fall bedient man sich eines Cylinders von $4\frac{1}{2}$ Fuss Länge, an welchem das Fortleitungs- oder Gasrohr von 14 bis 15 Zoll Länge angegossen sein kann; der Cylinder hat einen Durchmesser von 13 bis 14 Zoll im Lichten und das Rohr $3\frac{1}{2}$ Zoll, und die Eisenstärke des Cylinders und Rohres beträgt $\frac{3}{4}$ bis $\frac{7}{8}$ Zoll. Man reicht mit zwei Vorlagen aus, welche auch nicht so gross zu sein brauchen, als die unter Fig. 20 beschriebenen, da sich nur wenig Ammoniak und Oeltheile entwickeln. Die Arbeit des Nachbrennens währt nicht sehr lange, da man in zwei bis drei Tagen und eben so vielen Nächten eine grosse Anzahl von Operationen durchmachen kann; dass man dazu die erforderlichen Trommeln oder Dämpfer vorräthig halten muss, ist eine Sache, die sich von selbst versteht.

Die trockene Destillation der Hornabfälle von Drechslern und Kammmachern anlangend, so treibt man dieselbe nicht so weit wie bei der Produktion von Knochenhohle, da die Hornkohle zur Darstellung von blausaurem Kali gebraucht wird, und sich nicht wohl zum Entfärben eignet.

Von 531 Pf. Hornspänen von Drechslern, 80 Pf. Hornabfall von Kammachern und 98 Pf. Hufen und Klauen von Pferden, Kühen, Schafen und Schweinen, zusammen 709 Pf. wurden, beim Verbrauch von $1\frac{3}{8}$ Malter harten Holzes (Eichen- und Buchenholz) und Zahlung für $1\frac{1}{2}$ Tagelohn erhalten 264 Pf. Hornkohle, 100 Quart Spiritus zu 1,019 spec. Gew. und 74 Pf. rohes Thieröl.

Von 9000 Pf. abgetrockneten Pferdeknochen wurden erhalten 4980 Pf. Knochenkohle und 1380 Quart Spiritus zu 1,011 sp. G.; und von 6950 Pf. vollkommen ausgetrockneter und einige Jahre hindurch gelegener Rindskopfknochen erhielt man 4000 Pf. Knochenkohle und 145 Pf. rohes Oel. Der gewonnene Spiritus wurde mit Salzsäure neutralisirt, wovon 583 Pf. gebraucht wurden; man erhielt 275 Pf. eines vollkommen weissen und geruchfreien krystallisirten Salmiaks.

Haben sich während der Operationen die ammoniakalische Flüssigkeit und das Oel in den Fässern stark angesammelt, dann wird beides aus den über den Böden befindlichen Hähnen abgezapft und in aufrechtstehende Fässer gegossen, aus denen nach ruhigem Stehen der Spiritus durch Hähne von der aufschwimmenden

Digitized by Google

Oelschicht leicht klar abgelassen werden kann. Da der Spiritus in den ersten Fässern stärker ist — variirend von 1,043 bis 1,082 — als in den letzteren, so thut man wohl, die stärkere und schwächere Flüssigkeit für sich auf besondere Fässer zu füllen. Diese Abscheidefässer werden am besten unter einem vor den direkten Sonnenstrahlen geschützten Schuppen aufgestellt. Sind die Operationen ununterbrochen im Gange, so ist's gut, alle 3—4 Monate — in der wärmeren Jaheszeit öfter — das kohlensaure Ammoniak, welches sich, und namentlich unter den Oberböden der beiden ersten Fässer und an den oberen Theilen der Fasswände als Krusten, in rindenförmigen und compacten Stücken ablagert, herauszunehmen. Das Oeffnen der Fässer geschieht einfach auf die Weise, dass man die oberen Reife abschlägt, wodurch die Böden dann leicht losgeklopft werden können. Da sich in den kurzen Röhren, welche die Fässer mit einander verbinden, auch concretes kohlensaures Ammoniak ablagert, und oft sogar auch in dem langen Rohre, welches vom Helm nach der ersten Vorlage geht, so müssen diese, um den Apparat nicht zu verstopfen, von Zeit zu Zeit nachgesehen werden.

Das rohe kohlensaure Ammoniak wird zur weiteren Verarbeitung in Fässer gethan und zum Theil nochmals sublimirt zur Darstellung des brenzlicht kohlensauren Ammoniaks, die grösste Menge aber zur Verstärkung des Spiritus auf schwefelsaures Salz benutzt.

Das rohe oder stinkende Thieröl (Oleum animale crudum, foetidum, empyreumaticum, Oleum cornu cervi: Huile de corn de cerf, Huile animale empyreumatique; Hartshorn oil, Empyreumatic oil) wird in der Thierarzneikunde und für weitere Zwecke benutzt, und ausserdem zur Darstellung von ätherischem Thieröl (Oleum animale aethereum seu Dippelii; Dippel's animal oil) verwendet. Um ein solches zu erhalten, wird das rohe Oel in grossen Glasretorten so lange erhitzt, als noch ein Oel abdestillirt, welches leichter ist als Wasser. Dieses Destillat wird einigemal auf einen grossen Scheidetrichter gewaschen (wozu ich mich eines umgestülpten Säureballons, von welchem der geborstene oder zerrissene Boden abgesprengt worden, mit eingekorkter und verschliessbarer Glasröhre versehen, bediene) und dann in einem Glaskolben, mit Helm und angelegter kleiner Vorlage, über etwas Holzkohle und Holzasche einer nochmaligen Destillation unterworfen. Man destillirt sehr langsam und bei gelinder Wärme so

Digitized by Google

lange noch ein weisses, ungefärbtes Oel übergeht; sobald die Tropfen eine gelbliche Farbe zeigen, beendigt man die Arbeit, nimmt die Vorlage ab und schiebt eine andere an. Das vollkommen ungefärbte Oel wird in kleine (1 Unze fassende) Gläser vertheilt, die man ganz damit anfüllt, gut verkorkt, mit Siegellack verkittet und an einem kühlen und dunkeln Orte, am besten umgestülpt in einem flachen Gefässe mit Wasser aufbewahrt.

Das ätherische Thieröl ist farblos, dünnflüssig, leichter als Wasser, höchst flüchtig, von unangenehmem Geruche, erleidet durch Licht- und Luftzutritt bald eine Zersetzung und geht dabei durch eine gelbliche und braune bis zur schwarzen Färbung über; es löst sich sehr wenig in Wasser, leicht in Alkohol, Aether, ätherischen und fetten Oelen und wird durch concentrirte Mineralsäuren zersetzt.

Um den Hirschhorngeist (Horn- oder Knochenspiritus, Spiritus cornu cervi, Esprit de corne de cerf, Spirit of hartshorn), welcher gelbbraun aussieht, zu reinigen, wird derselbe in Glasretorten einer Rectification über Etwas eines gröblichen Thon- und Holzkohlenpulvers unterworfen, wodurch eine Flüssigkeit von weingelber Farbe und minder urinösem Geruch (Liquor ammonii pyro-oleosi rectificatus, Sp. cornu cervi rectificatus) erhalten wird.

War der Hornspiritus hin und wieder zu schwach, so habe ich denselben auf die Weise verstärkt, dass ich eine bestimmte Menge mit rohem schwefelsaurem Ammoniak und roher Pottasche in gläsernen Retorten über Thon und Kohle destillirte.

24 Pf. rohes schwefelsaures Ammoniak von gelber Farbe, 16 Pf. rohe Pottasche und 80 Pf. roher Hornspiritus gaben 79 Pf. sarken rectificirten Spiritus von weingelber Farbe und 23 Pf. rohes schwefelsaures Kali. Kosten für Brennmaterial, Arbeitslohn, Kohle und Thon ein Thaler preuss.

Schwefelsaures Ammoniak.

$NH_4O + SO_3 + HO$.

(Geheimer Salmiak; Ammonium (oxydatum) sulphuricum, Sal. ammoniacus secretus Glauberi; Sulfate d'ammoniaque; Sulphate of ammonia.)

Die grösste Menge des Hornspiritus, welche das Jahr hindurch gewonnen wurde, habe ich zur Anfertigung des schwefel-

Digitized by Google

sauren Ammoniaks benutzt, um daraus später kohlensaures und salzsaures Ammoniak zu bereiten.

Man hat 4 bis 5 oder mehrere grosse Bottiche von 3 Fuss 8 Zoll bis 3 Fuss 10 Zoll Höhe, bei einem Durchmesser oben von 3 Fuss 9 bis 3 Fuss 11 Zoll, welche mit gut passenden Deckeln verschlossen werden können. In jeden dieser Bottiche bringt man 50 bis 60 Quart, etwa 5 bis 6 Wasser-Eimer voll, schlammigen schwefelsauren Kalks (Selenit) von der Bereitung der Weinstein- oder Phosphorsäure oder, in Ermangelung eines solchen Nebenprodukts, 3 bis 4 Eimer voll gemahlenen natürlichen, oder 2 bis 3 Eimer voll gebrannten Gypses. In einen eingemauerten Kessel von Gusseisen, der oben eine Lichten-Weite von 4 bis 5 Fuss und im Mittelpunkt eine Tiefe von 27 bis 36 Zoll hat — oder im ähnlichen Verhältniss grösser oder kleiner ist —, oder in eine Pfanne von genietetem Eisenblech von $6\frac{1}{2}$ bis 7 Fuss Länge, die bei einer Weite von $4\frac{1}{2}$ bis $4\frac{5}{6}$ Fuss eine Tiefe von 12 bis 13 Zoll hat, bringt man einige kleine Handschaufeln voll jenes künstlichen (Selenit) oder des natürlichen schwefelsauren Kalks, letztern im gepulverten Zustande, füllt alsdann den Kessel oder die Pfanne etwas über $\frac{3}{4}$ des Rauminhalts mit Knochen- oder Hornspiritus an — natürlich so stark man denselben haben kann — und feuert an. Ist der Spiritus etwa zu 65 bis 70° R. (81 bis 87° C.) erhitzt, während welcher Zeit hin und wieder umgerührt wird, dann bringt man die Flüssigkeit in einen jener Bottiche, in welchen vorher schon Gyps gegeben worden war, und rührt während des Zugiessens mittelst eines langen Holzspatels gut um. Das Umrühren dieses Gemisches wird binnen 11 bis 12 Stunden Stehens hin und wieder erneuert, um den Spiritus um so besser auf den zu zersetzenden Gyps einwirken lassen zu können, und nach jedesmaligem Umrühren wird der Bottich durch den Deckel wieder verschlossen. Zur Erleichterung dieser Arbeit können die Bottiche tiefer gestellt werden als Pfanne oder Kessel, um aus diesen die Lauge mittelst eines bleiernen Hebers in einer hölzernen Rinne entlang in die Bottiche laufen zu lassen. Hat man späterhin den Bottich zum Abklären der Lauge ruhig stehen lassen, dann zieht man dieselbe in einen leeren Bottich ab, füllt den Kessel abermals, aber nur zur Hälfte, mit Spiritus, erhitzt wiederum bis fast zum Kochen, bringt die Flüssigkeit in denselben Bottich auf den schon zum Theil zersetzten Gyps und verfährt ebenso wie das erste Mal. Auf diese Weise können — was natürlich von der vor-

Digitized by Google

räthigen Spiritusmenge abhängt — zugleich mehrere Tubbenansätze gemacht werden.

Statt dieser Proceduren habe ich auch einige Jahre hindurch den Spiritus auf sogenannten „Rollfässern" — hölzerne, mit Reifen versehene Gefässe, welche in einem Gestell hängen und mittelst einer Kurbel hin- und hergeschwungen werden können — durch den oben erwähnten künstlichen Gyps zersetzt, allein diese Arbeit dauert um ein Bedeutendes länger, als die vorhin angegebene Methode.

Die letzten Antheile der Lauge sucht man von dem am Boden gelagerten, etwas Gyps enthaltenden kohlensauren Kalk durch Schrägstellen der Bottiche und für einige Zeit ruhiges Stehenlassen abzuschöpfen. Den Bodensatz auf einen Seiheapparat zu bringen und auszusüssen, ist überflüssig und zahlt nicht, da ihm nur Unbedeutendes von Ammoniaksalz anhängt. Derselbe kann, wenn zu verkaufen, als sehr guter Dünger verwendet werden. Da kohlensaures Ammoniak und schwefelsaurer Kalk auf nassem Wege sich gegenseitig nicht vollkommen zersetzen, so muss die erhaltene Flüssigkeit mit Schwefelsäure neutralisirt werden, welches direct in den Tubben, die man für diesen Zweck nur zu $\frac{2}{3}$ ihrer Inhalte mit Lauge füllt, geschieht. Meine über diesen Artikel gesammelten Erfahrungen haben mich gelehrt, dass man die Schwefelsäure am besten concentrirt anzuwenden habe, mindestens zu 1,717 spec. Gew. oder 60 ° B., weil eine nicht unansehnliche Menge des im Spiritus enthaltenen Thieröls dadurch verdickt, zum Theil oxydirt und mehr oder weniger daraus abgeschieden wird.

Sämmtliche vorräthige und neutralisirte Lauge wird nun in dem reingewaschenen Kessel (Pfanne) langsam eingekocht, und hat die Flüssigkeit einen solchen Grad von Concentration erlangt, dass aus einer herausgenommenen Probe nach kurzem Stehen Kryställchen sich abscheiden, dann werden die nach den Wänden des Kochgefässes zu sich sammelnden Oel- und Brandharztheile mittelst eines flachen eisernen Löffels (Schmelzkelle) abgenommen und das Eindampfen bis zur Erscheinung einer starken Salzhaut fortgesetzt, worauf man die Lauge in eine niedrige, in einen Holzkasten eingesetzte Bleipfanne bringt und krystallisiren lässt. Nach dem vollständigen Erkalten wird das Salz auf Körbe geschlagen, die Lauge wiederum bis zu dem oben angegebenen Punkte eingedampft und abermals der Krystallisation unterworfen. Die letzte Lauge, etwa 20 bis 30 Quart, kann man in einem kleinern Kessel

Digitized by Google

langsam eindampfen und das während dem ausfallende Salz durch zeitweiliges Umrühren in Bewegung halten. Ist dieser Rest eingetrocknet, dann gibt man sämmtliches, auf den Körben befindliche Salz demselben bei und röstet oder schmilzt es, d. h. erhitzt dasselbe bei nicht zu starkem Feuer so lange, bis Alles zu einer gleichförmigen Masse zerflossen ist. Hierauf wird das Feuer entfernt, die Thür offen gelassen, um abzukühlen, und der ölartig erscheinende Kesselinhalt mit einem hölzernen Spatel so lange gerührt, bis daraus eine bröcklige oder krümelige Masse entsteht, welche man darauf, noch etwas warm, in trockene Fässer füllt. In diesem Zustande dient das schwefelsaure Ammoniak nun zur Darstellung des kohlensauren Ammoniaks in concreter Form, so wie zu der des sublimirten und krystallisirten Salmiaks.

Kohlensaures Ammoniak.

$$2\ NH_4O + 3\ CO_2.$$

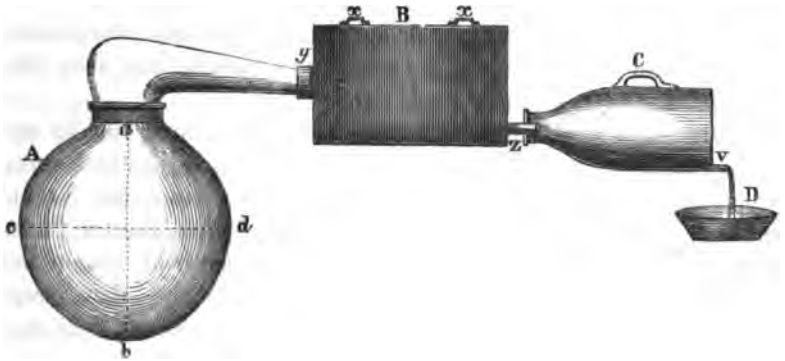
(Anderthalb kohlensaures Ammoniak, trocknes oder luftsaures flüchtiges Laugensalz, flüchtiges Salmiaksalz; Ammonium (oxydatum) carbonicum, Ammonium subcarbonicum, Alcali volatile siccum, Ammonium aëratum, Sal ammoniaci volatilis, Sal alkali volatilis; Sesquicarbonate d'ammoniaque, Sel volatil d'Angleterre; Carbonate, or Sesquicarbonate of ammonia, Mild volatile alkali, Smell salt.)

Unzählige Male habe ich versucht, das rohe brenzlicht kohlensaure Ammoniak (aus den Vorlagen von der Horn- und Knochendestillation) zur Darstellung des kohlensauren Ammoniaks, durch Sublimation über Kohle und Thon u. dgl. m. zu reinigen, ohne aber je den gewünschten Erfolg gehabt zu haben.

Das kohlensaure Ammoniak wurde von mir stets aus dem schwefelsauren Salze und niemals aus Salmiak bereitet, weil ersteres billiger zu stehen kommt. Die Zersetzung desselben durch kohlensauren Kalk (Kreide) geschieht in einer eisernen Blase mit aufgesetztem Helm oder fast rechtwinkliger Röhre, gleichfalls von Gusseisen; als Vorlage dient ein gusseiserner Kasten.

Digitized by Google

Fig. 22.



A. Die eiserne Blase mit Helm. Die Blase ist von a—b, d. i. vom Untertheile des Halses bis zum Mittelpunkte im Boden 28 Zoll im Lichten tief, der Hals ist 4 Zoll hoch; der weiteste Durchmesser der Blase beträgt von c—d $26\frac{3}{4}$ bis 27 Zoll im Lichten.

B. Ein Kasten von Gusseisen, 24 Zoll lang, 18 Zoll weit und 15 Zoll hoch. Derselbe hat bei y ein angegossenes kurzes Rohr zur Aufnahme des Helmschnabels und ist oben offen, woselbst nach innen, an den 4 Seiten entlang, ein $\frac{5}{8}$ bis $\frac{3}{4}$ Zoll breiter Rand angegossen ist, auf welchem der mit 2 angegossenen oder angenieteten Handhaben x x versehene gusseiserne Deckel ruht.

C. Eine Vorlage von Blei, welche an ihrer Mündung einen bleiernen Deckel hat, durch dessen Loch die enge eiserne Röhre z des Kastens B tritt.

D. ist eine irdene Schüssel.

Die Stärke des Eisens in der Blase beträgt 1 Zoll und im Helm von $\frac{1}{2}$ bis $\frac{5}{8}$ Zoll; die Eisenstärke im Kasten B ist von $\frac{5}{16}$ bis $\frac{3}{8}$ Zoll. Die flaschenförmige Vorlage C ist aus gewalztem Blei gefertigt, der Quadratfuss 10 bis 12 Pf. schwer; das bleierne Rohr v ist eingesetzt und mittelst des Gasapparats durch Blei eingebrannt. Dieses Rohr leitet das in der Vorlage gesammelte ammoniakalische Wasser in die untergestellte Schüssel D. — Oben auf der Vorlage C ist ein Griff angegossen, um dieselbe bequemer vorschieben und fortnehmen zu können.

Die Blase (Salmiakballon genannt) ist bis an den Hals eingemauert, und das Feuer circulirt rund um dieselbe herum, gleich

Digitized by Google

wie bei dem Blasenkessel zur Knochendestillation. Die eiserne Vorlage nebst Bleiflasche stellt man am besten ausserhalb des Gebäudes unter einen Schuppen auf, so dsss dieselbe durch eine in der Wand befindliche, nicht zu kleine Oeffnung mit dem Destillirgeschirr verbunden werden kann.

Die Blase wird gut zur Hälfte bis knapp $\frac{3}{4}$ ihres Inhalts mit 1 Th. geschmolzenen und möglichst fein zertheilten schwefelsauren Ammoniaks, 2 Th. gemahlener und vollkommen trockener Kreide und $\frac{1}{3}$ bis $\frac{1}{2}$ Th. gemahlenen und scharf ausgetrockneten Thons gefüllt und, nachdem der Hut aufgesetzt, sämmtliche Fugen mit einem Gemenge von feuchtem Lehm und Rossäpfeln, dem etwas gebrannter Gyps zugesetzt wurde, verstrichen, überdem derjenige Theil des Apparates, wo der Helmschnabel in die Röhre des Kastens tritt, noch mit scharf angezogener feuchter Leinwand o. dgl. und mit dickem Bindfaden verbunden, wird zuerst ein mässiges Feuer gegeben, welches man nach und nach verstärkt und die gesteigerte Hitze so lange unterhält, bis der Vordertheil des Helmes anfängt kalt zu werden, und wenn dieser Zeitpunkt eingetreten, kann man die Operation als beendigt ansehen. Sollte während der Arbeitsdauer die bleierne Vorlage sich etwas erwärmen, welcher Fall durch unvorsichtiges und zu starkes Feuern seitens der Arbeiter sich leicht ereignen kann, dann hat man das Feuer vorzuziehen, die Heitzthür für kurze Zeit offen zu lassen und die Vorlage selbst mit durch kaltes Wasser benetzten Tüchern zu umschlagen.

Nachdem der Ballon sich abgekühlt, wird der Helm abgenommen und der Rückstand mittelst eines eisernen, mit langem Stiel versehenen Löffels herausgenommen und fortgeworfen, oder als Dünger verkauft; alsdann wird der Ballon mit einem neuen Ansatze versehen (200 bis 250 Pf. Ammoniaksulphat, 400 bis 500 Pf. Kreide und 80 bis 100 Pf. Thon —) und wie das erste Mal verfahren.

Nach 2 bis 3 Operationen nimmt man den Deckel von der eisernen Vorlage ab und bricht mittelst eines starken eisernen Meissels und Hammers den ziemlich geruchfreien und weissen, so wie in der Vorderröhre angesetzten Sublimat und auch denjenigen, welcher sich in der Hinterröhre des Kastens angesetzt haben dürfte, heraus und hebt ihn, behufs vollkommener Reinigung, in gut zu verschliessenden Gefässen (dichten Fässern oder grossen Steintöpfen mit nicht zu engen Mündungen), für eine zweite Sub-

Digitized by Google

limation, an einem trocknen und kühlen Platze auf. Auch in der Bleiflasche findet man hin und wieder rindenförmige Anflüge; sind dieselben ziemlich weiss und ziemlich geruchfrei, so können dieselben ebenfalls in die Fässer gegeben werden; im andern Falle aber benutzt man dieses Salz wieder zur Mitbeschickung des Ballons. Die ammoniakalische Flüssigkeit in der irdenen Schüssel gibt man dem rohen Spiritus zur Bereitung des schwefelsauren Ammoniaks bei.

Ist die Herlegung von wirklicher Kreide kostspielig, so können, wenn um Vieles billiger zu haben, eben so wohl Berg- oder Montmilch, Kalkmergel, Kreidemergel, oder sonstige derartige, leicht zu zertheilende Verbindungen des Kalks mit Kohlensäure verwendet werden, nur hat man von denselben, die Bergmilch ausgenommen, dem Gehalte des Carbonats nach, von 10 bis 20 Procent mehr zu nehmen. Gewöhnlich habe ich von 100 Theilen trocknen schwefelsauren Ammoniaks zwischen 60 bis 70 Theile (— niemals mehr oder weniger —) fast geruch- und farbloses Carbonat erhalten, welches vollkommen frei von Schwefelsäure sich zeigte.

500 Pf. schwefelsaures Ammoniak;
1000 Pf. Bergmilch und Kreidemergel aus der Nachbarschaft;
200 Pf. Thon; Arbeitslohn für 5 Tagesschichten beim Mahlen des Thons, beim Zusammensetzen, Heitzen und Leeren des Apparates; an Brennmaterial wurden verbraucht 650 Pf. gute Steinkohlen, oder in andern Fällen 80 Pf. trocknes Fichtenholz und 1000 Pf. Braunkohle. Es wurden erhalten
325 Pf. weisses und fast geruchloses kohlensaures Ammoniak, welches für technische Zwecke rein genug sich erwies.

Um aus dem vorstehend abgehandelten Präparate das reine anderthalb kohlensaure Ammoniak herzustellen, habe ich jenes einer nochmaligen Sublimation über Kohle und Thon unterworfen und stets einen Artikel erhalten, der weder für den medicinischen Gebrauch, noch für analytische Zwecke etwas zu wünschen übrig liess.

Das Gefäss, welches das nochmals zu sublimirende Carbonat aufnimmt, besteht in einem ähnlichen blasenförmigen Kessel oder Ballon von Gusseisen, wie der vorhin bei Zersetzung des schwefelsauren Ammoniaks durch Kreide beschriebene, nur von geringerem Maasse in Höhe, Weite und Eisenstärke. Man hat in einem und

Digitized by Google

demselben Mauerwerk mehrere (6 bis 8 Stück) Ballons und zwar dergestalt eingesetzt, dass ein jeder natürlich seinen eigenen Feuerraum erhält und die Wärme um den Ballon herumstreicht; nach hinten zu vereinigen sich die Züge, welche durch flache Ziegel oder durch Schieber von Eisenblech nach Bedürfniss zugeschoben (abgestochen) oder geöffnet werden können, in einen gemeinschaftlichen Schornstein (Esse).

Fig. 23.

Der Ballon ist von der Mitte des Bodens bis an den Hals 14 Zoll tief und sein weitester Durchmesser im Bauche 13 Zoll im Lichten; der Hals ist 3 Zoll hoch und 4 Zoll weit im Lichten. Der Aufsatz, zur Aufnahme des Sublimats, ist ein Glasgefäss mit concavem Boden, aus nicht zu stark gefärbter Masse bereitet und ähnlich den zum Versenden von Säuren dienenden Ballons; es können selbst solche dazu verwendet werden, nur dürfen dieselben keine convexe Böden haben, weil sie sonst leicht zerspringen, auch darf der concave Boden desselben Umstandes halber nicht stärker, oder höchstens um ein Weniges nur stärker sein als die Seitenwände. Der Hals des Glasaufsatzes darf nicht länger sein als von $1\frac{1}{4}$ bis $1\frac{3}{4}$ Zoll, und will man Säureballons für diesen Zweck gebrauchen, dann suche man solche aus, die einen ziemlich weiten und dabei nicht zu kurzen Hals haben, so dass, wenn abgesprengt, die Oeffnung $3\frac{1}{2}$ bis $3\frac{7}{8}$ Zoll im obersten Durchmesser zeigt. In den Aufsatz (Glasballon) bohrt man an der einen Seite, und zwar in der Mitte, ein etwa $\frac{1}{8}$ Zoll weites rundes Loch, um dasselbe durch ein Holzpflöckchen verschliessen und öffnen zu können.

Das Einbohren geschieht einfach auf die Weise, dass man an derjenigen Stelle, wo das Loch gebohrt werden soll, mittelst eines scharfen Feuersteins einen Kreuzritz macht und dann in der Mitte desselben eine scharf zugespitzte Feile aufsetzt, die, in ein Stückchen Holz fest eingelassen, mit Hülfe eines Lederriemens hin und her gedreht wird; und kann man bei einiger Uebung sehr schnell ein vollkommmen rundes Loch und nach Umständen von beliebiger Grösse einbohren.

Ist Alles so weit vorgerichtet, dass die Sublimirkessel von dem Rückstande der vorhergegangenen Operation gereinigt, die Glasballons gebohrt und um das Loch eines jeden herum ein quadratisches oder rundes Stück Papier von etwa 5 bis 5 Zoll im Durchmesser mit Mehlkleister fest aufgeklebt ist, was geschieht,

Digitized by Google

um dem Zerreissen des Glases möglichst vorzubeugen, dann werden die eisernen Ballons mit den nöthigen Mischungen beschickt. Diese bestehen für jeden Ballon in 40 Pf. im eisernen Mörser gestossenen Carbonats (wie solches im vorgehend beschriebenen Artikel durch Sublimation aus schwefelsaurem Ammoniak und Kreide in der eisernen Vorlage erhalten wurde), 6 Pf gepulverter, gut gebrannter und keine Oeltheile enthaltender Knochen- oder guter Holzkohle und 8 Pf. gepulverten, vollkommen trocknen Thons. Hierauf werden aussen um die Mündung des Glasballons herum etwa 1 bis 1½ Zoll breite Streifen eines dicken Papiers (Packpapier mittelst Mehlkleister fest aufgeklebt, so dass derselbe mehr Halt in der Mündung der Sublimirblase bekömmt und Glas und Eisen nicht unmittelbar einander berühren, und dann aufgesetzt. Von Aussen überzieht man nun ebenfalls die ineinander fassenden Mündungen beider Gefässe mit, mit Mehlkleister bestrichenen Papierstreifen. Sollte man vergessen haben, das im Bauche des Glasballons eingebohrte und mit Papier überklebte Loch wieder zu öffnen, so ist das jetzt zu thun. Hierauf gibt man ein sehr langsames Kohlenfeuer, welches nicht bedeutend verstärkt werden darf, weil man sonst Verlust am Carbonate haben und auch der Glasballon leicht platzen dürfte. Das kleine Loch lässt man einstweilen für mehrere Stunden offen, dann verschliesst man dasselbe mit dem Holzpflöckchen, und nach einer Stunde etwa zieht man es wieder heraus und sieht, ob dasselbe feucht geworden, oder ob vollkommen trocknes Carbonat angeflogen ist. Im ersten Falle lässt man das Loch für eine Zeitlang offen, im letztern wird's mit dem Pflocke verschlossen. Man setzt die Arbeit fort, bis das flüchtige Salz aufgetrieben ist, was bei einiger Uebung leicht und namentlich daran zu erkennen, dass ein neues oder ungebrauchtes Pflöckchen, in das Loch gesteckt, sich nicht mehr mit Carbonat beschlägt; doch ist's besser, nicht zu weit abzutreiben, um durch die in dem Rückstande enthaltene und von dem Thon aufgesogene geringe Menge von Oeltheilchen den Sublimat nicht wieder zu verunreinigen. Sollte aus Unvorsichtigkeit ja einmal zu stark gefeuert worden sein, dann hat man nichts Eiligeres zu thun, als das Feuer schnell zu entfernen, auf den Rostherd kalte Asche u. dgl. zu werfen und die Heitzthür offen zu lassen; und sollten, was hin und wieder sich ereignet, die Glasballons und namentlich von den gebohrten Löchern aus Risse bekommen, dann hat man über die letzteren Papierstreifen zu kleben. Die während der Arbeitszeit

Digitized by Google

zerrissenen Ballons können natürlich nicht wieder gebraucht werden, und es lässt sich das Glas dadurch leicht vom Sublimat abnehmen, dass, nachdem man das aufgeklebte Papier möglichst entfernt, man mit einem zugespitzten glühend gemachten Eisenstabe die Risse verfolgt; auf diese Weise erhält man öfters nicht mehr als 6 bis 8 Glasstücke; den einzigen Uebelstand dabei gewährt der um die Mündung des Ballons befindliche Theil, weil daselbst das Glas stärker, meistens sehr stark ist. Man erhält das Präparat hierbei oftmals in einem einzigen Stücke, in der Form des Ballons selbst. Aus den während der Operation nicht zersprungenen Buddeln bricht man den Sublimat dadurch heraus, dass man das Gefäss einige Zoll über seiner Mündung ziemlich stark erwärmt, wodurch der Sublimat zum Theil flüssig, zum Theil gasförmig ausgedehnt und die über dieser Stelle anliegende Schicht von der Mündung des Gefässes abgetrieben wird. Mit einem gekrümmten Eisendraht, welcher oben breit geschlagen und dabei scharf zugespitzt ist, lässt sich der Sublimat dann nach und nach in Stücken herausbringen; bei einiger Vorsicht und Uebung zerbricht dabei äusserst selten der Ballon. Das in Stücken zerbrochene Salz wird in dichten, mit Körken oder Deckeln gut verschlossenen Steintöpfen an einem kühlen Platze aufbewahrt.

Statt dieser Glasgefässe habe ich mich auch wohl länglicher Aufsätze aus Steingut bedient, jedoch schlagen sie öfters durch, und habe ich ersteren stets den Vorzug gegeben.

Oft habe ich auch das kohlensaure Ammoniak, um es vollkommen zu reinigen, in Retorten mit angelegten Vorlagen einer zweiten Sublimation unterworfen, jedoch bin ich zu der oben beschriebenen Methode zurückgekehrt, weil sie sich mir praktischer und ökonomischer bewies.

Aus 240 Pf. des gewöhnlichen (verkäuflichen) Carbonats, so wie dasselbe durch Sublimation aus schwefelsaurem Ammoniak und Kreide erzeugt wurde, habe ich zwischen 233 bis 237 Pf., im Mittel 235 Pf. reines kohlensaures Ammoniak wieder erhalten, welches für 40 gewöhnliches Salz 39 Pf. reines beträgt.

Anderthalb kohlensaures Ammoniak erscheint in weissen compacten Stücken; es riecht stark ammoniakalisch, schmeckt und reagirt scharf alkalisch, löst sich in zwei Theilen kaltem und weniger als gleichen Theilen heissem Wasser auf; ist aber in Weingeist unlöslich. Dasselbe ist auf Schwefelsäure, Chlor, Blei, Eisen zu prüfen.

Digitized by Google

Das unter dem Namen brenzlich öliges kohlensaures Ammoniak (Hirschhornsalz; Ammonium carbonicum pyro-oleosum, Sal cornu cervi volatilis; Empyreumatic hartshorn salt.) in der Pharmacie bekannte Präparat habe ich durch nochmalige Sublimation dse bei der Horn- oder Knochendestillation in den Fässern abgelagerten rohen, übelriechenden Salzes gereinigt. Hiebei wird ebenso und auf dieselbe Weise verfahren, wie vorstehend bei der Reinigung des kohlensauren Ammoniaks gesagt worden ist. Es werden 40 Pf. des zerstossenen rohen Hirschhornsalzes mit 6 Pf. gepulverter Kohle und 8 Pf. gepulverten Thons vermengt, in ein solches eisernes Gefäss gebracht, das Salz wird aufgetrieben und im aufgestülpten Glasballon als Sublimat aufgefangen. Man erhält von 40 Pf. zwischen 37 bis 38 Pf. gereinigtes Hirschhornsalz, welches jede Prüfung als solches aushält; dasselbe muss vor Licht- und Luftzutritt aufbewahrt werden.

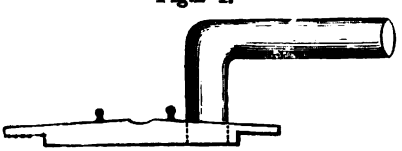
Aetzendes Ammoniak.

$NH_3 + xHO$.

(Ammoniakliquor, Salmiakspiritus, Salmiakgeist; Ammonium causticum aquosum seu liquidum, Liquor ammonii caustici, Spiritus salis ammoniaci cum calce viva paratus; Ammoniaque liquide, Esprit de sel ammoniac caustique; Liquid ammonia, Aqua, or water, or solution of ammonia, Spirit of sal ammoniac.)

Den Salmiakspiritus habe ich — im Grossen — nur aus schwefelsaurem Ammoniak bereitet, die Zersetzung desselben durch gebrannten Kalk in einem eisernen Blasenkessel vorgenommen und das entwickelte Ammoniakgas in irdene, mit Wasser gespeiste Vorlagen geleitet, ähnlich denjenigen, welche bei der Destillation der Salpetersäure in Cylindern beschrieben worden sind; auch habe ich gläserne Ballons als Vorlagen benutzt, wegen der leichteren Zerbrechlichkeit derselben jedoch seltener.

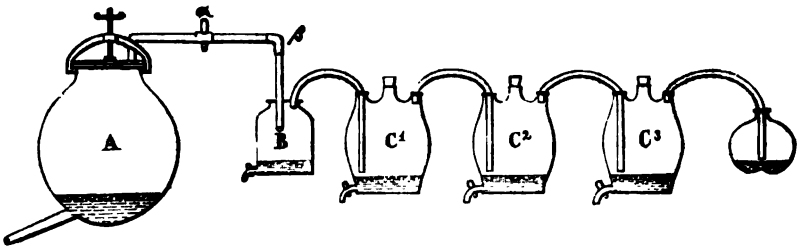
Fig. 24.



In nebenstehender Figur ist ein solcher Apparat dargestellt.

Digitized by Google

Fig. 25.



Der eiserne Blasenkessel ist vom Untertheile des Halses bis zum Mittelpunkte im Boden 21″ tief, sein weitester Durchmesser beträgt 20″, beides im Lichten; Stärke des Eisens $\frac{3}{4}$″, nach dem Boden hin zu $\frac{7}{8}$″ sich verstärkend; der Hals ist ausserhalb bis unter den Rand 4″ hoch, der Rand ist $\frac{3}{4}$″ dick und 1″ breit; der Hals hat im Lichten einen Durchmesser von 8″. Der Deckel ist $11\frac{1}{2}$″ weit (gleichfalls wie die Blase aus Eisen gegossen) und tritt $\frac{1}{2}$″ tief in dieselbe hinein; am Rande ist der Deckel $\frac{1}{2}$″ dick und läuft von Aussen bis fast nach der Mitte zu allmählig um $\frac{1}{4}$″ stärker aus, hat gerade im Mittelpunkte eine Vertiefung von $\frac{1}{8}$″ bei einer Weite von $1\frac{1}{8}$″, so dass an dieser vertieften Stelle, in welcher die Schraube läuft, der Deckel gerade $1\frac{1}{8}$″ dick ist. Der Blasenrand und der in die Blase tretende Falz oder Vorsprung des Deckels sowie die Unterfläche müssen genau und richtig gegossen sein, damit sie gehörig in-, auf- und aneinander passen, und sollte solches von vornherein nicht der Fall sein, dann müssen beide waagerecht geschliffen oder abgedreht werden; der Deckel hat ausserdem oben 2 Griffe zum Einsetzen und Ausheben. Beim Gebrauch wird über den Deckel eine gutpassende eiserne Klammer gesetzt, deren Zangenhaken unter den Rand des Blasenhalses fassen und in deren Mittelpunkte ein Schraubengewinde läuft, mittelst welchem der Deckel fest und luftdicht aufgeschroben werden kann; das Schraubengewinde ist 1″ stark. In den Deckel der Blase, der Mitte so nahe zu als möglich, ist ein aus 5 Theilen zusammengesetztes, zweischenkliges eisernes Rohr von $1\frac{1}{4}$ bis $1\frac{1}{2}$″ Lichtenweite, an seinem kürzern Schenkel eingeschraubt; bei α ist ein eiserner Hahn zum Ein- oder Auslassen von Luft (*Stopcock*) angeschroben und β ist ein kurzes Knie oder Ellbogen (*elbow*), welcher das letzte Röhrenstück mit dem zweiten verbindet. Der längere Schenkel der so zusammengesetzten Röhre mündet in einer bleiernen Vorlage, einige Zoll tief unter deren Deckel; derselbe

Digitized by Google

ist 1″ stark aus Blei gegossen, hat 2 Oeffnungen, die eine für die eiserne, die andere zur Aufnahme einer Bleiröhre bestimmt, welche $\frac{1}{8}$ bis 1″ im Lichten weit ist und mit ihrem längern Ende einige Zoll über dem Boden der Vorlage C^1 mündet. Die bleierne Vorlage B ist von etwa 15 bis 16″ Höhe und 12″ weit, der Hals 2″ hoch und die Oeffnung desselben 5″ weit. Sie ist aus starkem gewalztem Blei gefertigt, welches aber nicht durch Schnellloth verlöthet werden darf, sondern die Bleistücke müssen vor dem Oxyhydrogengas-Gebläse durch Bleistreifen zusammengeschmolzen (gebrannt) werden; etwas über dem Boden ist ein Hahn angebracht. Zum Festhalten des bleiernen Deckels wird, nachdem er an Rande mit einem Kitt aus Mehlbrei und pulverigem Kalkhydrat dick bestrichen worden ist, in die Oeffnung der Vorlage eingesetzt und darauf eine eiserne Klammer über den Deckel und unter den Falz der Vorlage geschoben. Durch die mittleren Oeffnungen werden die irdenen Vorlagen mit der erforderlichen Menge destillirten Wassers gespeist, so dass der ganze Apparat, bei einer jeden der nacheinander folgenden Operationen, nicht auseinander genommen zu werden braucht. Diese Mittellöcher werden während der Arbeitszeit mit gutschliessenden Stöpseln aus gebranntem Thon oder Glas versehen und mit Packleinwand o. dgl., die mit Mehlkleister und Kalkhydrat bestrichen, fest verbunden gehalten. Als letzte Vorlage bediene ich mich eines Säureballons, um die Gasströmung durch ein stärkeres oder schwächeres Glucken besser beobachten zu können; diese letzte Vorlage wird nicht verkittet, sondern ist nur mit einer mit einem Loche versehenen Bleiplatte bedeckt, durch welches die Röhre geht.

Die irdenen oder gläsernen Hähne in den irdenen Vorlagen müssen gut eingeschmirgelt sein und werden ausserdem noch mit dem kalkigen Mehlkitt von Aussen verdichtet, so wie ich überhaupt nur einen solchen Kitt bei dieser Arbeit verwende. Die Vorlagen werden mit etwas mehr denn zur Hälfte mit destillirtem Wasser gefüllt und, wie oben bereits bemerkt, sorgfältig verschlossen; in die bleierne Vorlage wird kein Wasser gegeben.

Die Mischung zur jedesmaligen Beschickung der Blase besteht in 200 Pf. schwefelsauren Ammoniaks, 200 Pf. gebrannten Kalks, 80 Pf. gepulverten Thons und 20 Pf. gröblich gepulverter Holz- oder ölfreier Knochenkohle. Man gibt die 200 Pf. frisch gebrannten Kalk in einen eisernen Kessel, besprengt denselben aus einer Giesskanne mit heissem Wasser und schliesst den Kessel mit einem

Digitized by Google

Deckel. Sobald der Kalk vollständig zu einem etwas feuchten Pulver zerfallen ist und sich abgekühlt hat, wird derselbe in die Blase gegeben, worauf man den Thon und die Kohle und dann etwa 45 bis 50 Quart kaltes Wasser hinzufügt; hiernächst rührt man mit einem eisernen Spatel gut durch und setzt endlich das schwefelsaure Ammoniak zu, worauf das Ganze nochmals mit dem Spatel gut durcheinander gearbeitet wird. Nachdem dieses geschehen, bestreicht man den Rand der Blase mit Kitt, setzt den Deckel ein, schraubt denselben fest, schraubt gleichfalls das eiserne Rohr ein und verbindet dieses durch das Hahnrohr und den Ellbogen mit dem in die bleierne Vorlage tretenden Rohre, welches mit Kitt verstrichen und mit Leinwand umbunden wird.

Man gibt jetzt ein gelindes Feuer, welches man nach und nach nur um ein Weniges verstärkt, damit die Gasentwicklung nicht zu stürmisch vor sich gehe. Ueberhaupt hat man auf die Feuerung eine besondere Aufmerksamkeit zu richten und namentlich dahin zu sehen, dass sie nicht unterbrochen werde, weil die Flüssigkeiten sonst leicht zurücktreten dürften. Hört bei verstärktem Feuer das Schlagen oder Glucken endlich ganz und gar auf, dann wird das Bleirohr, welches die letzte irdene Vorlage mit dem Glasballon verbindet, herausgezogen und beide Oeffnungen mit Bleiplatten bedeckt. Die in der Bleivorlage sich sammelnde Flüssigkeit wird von Zeit zu Zeit durch den Hahn abgelassen und in einen, in einen Korb oder Kasten eingepackten gläsernen Ballon gegossen. Der Hahn, welcher die eisernen Röhrentheile miteinander verbindet, ist ein Sicherheitsverschluss, und sobald zu Ende der Destillation beim Oeffnen desselben nur sehr wenig oder kein Ammoniakgas mehr zu bemerken ist, wird derselbe offen gelassen, das Feuer entfernt, und lässt man die Heitzthür offen. Nach dem völligen Erkalten der Blase nimmt man den Deckel ab, giesst etwas Wasser auf den Rückstand, rührt gut um, öffnet den angeschrobenen Stöpsel des Rohrs am Boden und reinigt so die Blase durch Nachspühlen mit Wasser für die nächste Operation. Das mehr Dickflüssige kann, wenn abgetrocknet, dem künstlichen Dünger beigegeben werden.

Die Ammoniakauflösung aus der bleiernen Vorlage ist niemals so gut als die aus den übrigen, jedoch, wenn nicht gelblich gefärbt, was nur durch eine zu lange fortgesetzte oder durch eine zuletzt zu stürmisch betriebene Destillation sich ereignet, als Handelsartikel für technische Zwecke hinreichend sein. Die Inhalte

Digitized by Google

der beiden ersten Vorlagen sind am stärksten und werden mit den der beiden anderen zu einem spec. G. = 0,960 oder 15½° B. vermischt; ist die Flüssigkeit in dem Glasballon zu schwach, und reicht man zum gegenseitigen Vermischen der Inhalte der drei anderen Vorlagen zu der soeben angegebenen Stärke aus, dann wird die schwächere Auflösung bei der nächsten Operation wieder vorgeschlagen. Wird der Salmiakgeist stärker verlangt, dann hat man's ganz in seiner Hand, da dann derselbe aus einer der ersten Vorlagen abgegeben oder zu irgend einem gewünschten spec. Gew. gemischt werden kann.

Zum Schluss dieses Artikels will ich noch bemerken, wie nöthig es ist, auf das destillirte Wasser, welches man zu diesem wie zu anderen Präparaten verwendet, stets seine Aufmerksamkeit zu richten. Neben anderen stand mir auch eine kupferne Blase mit zinnernem Helm und desgl. Rohr, vorzugsweise zur Destillation des Wassers benutzt, zu Gebote. Der Helm war defect geworden und musste umgearbeitet werden, und da es in der Zwischenzeit an destillirtem Wasser gebrach, musste diese Arbeit in einer andern Blase mit verzinntem Helm und desgl. Rohr vorgenommen werden, wobei meinerseits allerdings versäumt wurde, beide Theile vor der Anwendung gehörig nachzusehen.

Zu eben derselben Zeit wurde concentrirte Aetzammoniakflüssigkeit verlangt, und da für den Augenblick eine hinreichende Menge nicht vorräthig, wurde der Apparat zur Gewinnung desselben in Operation gesetzt. Nach beendigter Arbeit wurde das Präparat geprüft; es war wasserhell und vollkommen ungefärbt, und konnte so wenig Schwefelsäure als Chlor aufgefunden werden. Die bestellte Quantität wurde in Stöpselflaschen gegeben, verpackt und als gut abgesandt und dennoch, wie sich später erwies, war der Artikel nicht ohne erheblichen Tadel. Den übrigen und grössten Theil dieser concentrirten Ammoniakauflösung füllte man in 4 grosse Korbflaschen, welche, gut verkorkt und verbunden, aufs Lager gestellt wurden. Nach mehreren Wochen erhielten wir von unserm Geschäftsfreunde die briefliche Nachricht, dass der fragliche Salmiakspiritus, obgleich sehr stark, dennoch nicht rein sei, sondern Spuren von Kupfer enthalte; denn, als er aus der einen der Flaschen etwa ¼ des Inhalts gegossen, habe das Uebrige nach einigen Tagen eine bläuliche Färbung erhalten und eine dafür angestellte Prüfung die Gegenwart des Kupfers dargethan. Auf diese Mittheilung hin füllte ich aus jedem der Ballons

Digitized by Google

Proben in kleine Bechergläser; drei Proben waren ungefärbt, die vierte hingegen, aus einem Ballon, welcher nicht ganz angefüllt gewesen war, hatte einen bläulichen Stich. Die halb mit dem Ammoniak gefüllten Bechergläser wurden mit Glasscheiben bedeckt und an einen kalten Ort gestellt; den andern Tag schon war auch in den drei anderen Flüssigkeiten die blaue Färbung merklich sichtbar, welche indess nicht weiter zunahm. Das Kupfer war jedenfalls als Oxydul im Salmiakgeist enthalten und wurde erst durch Aufnahme von mehr Oxygen aus der Atmosphäre in den Zustand des Oxyds übergeführt.

Ich habe diesen Vorfall hier nur erzählt, um Andere aufmerksam zu machen und sich in ähnlichen Lagen zu sichern.

Chlorammonium.

NH_4 Cl.

(Salzsaures Ammoniak, Salmiak, Salmiakblumen; Ammonium chloratum, Ammonium muriaticum, Sal ammoniacus depur., Alkali volatile salitum, Flores salis ammoniaci; Hydrochlorate ou Muriate d'ammoniaque, Sel ammoniac; H. or M. of ammonia, Sal ammoniac, Sal armoniac.)

Der Methoden Salmiak zu bereiten gibt es mehrere, von denen einige ich selbst versucht, zugleich aber gefunden habe, dass die bessere immer diejenige sein dürfte, den Hornspiritus mit Salzsäure zu neutralisiren, um direct die Verbindung zu erhalten, oder auch, den Spiritus erst durch Gyps und Schwefelsäure in schwefelsaures Ammoniak zu verwandeln und dieses dann durch Kochsalz zu zersetzen.

Ehe ich zu der eigentlichen, von mir befolgten Bereitungsart übergehe, will ich ein Paar meiner Versuche voranschicken, die desshalb angestellt und mehrmals wiederholt wurden, um zu erfahren, ob sich der Salmiak (— im Grossen —) nicht vielleicht auf eine für uns billigere Weise darstellen lasse. Es wurde vorzugsweise die Kochsalzmutterlauge dazu versucht, weil man dieselbe stets ohne weitere Kosten haben konnte, mit Ausnahme der geringen, für einen kurzen Transport verausgabten.

Digitized by Google

A. Zersetzung der Mutterlauge durch Horn- oder Knochenspiritus.

Das spec. Gew. der Mutterlauge *(bitterwater, bittern, motherlye)*, sowie dieselbe in den verschiedenen Salinen abfällt, variirt zwischen 1,250 bis 1,295 (— ja in den Salzwerken West-Pennsylvanien's ist das der Mutterlauge zur Zeit sogar = 1,325 bis 1,33 —); da dieselbe bei dieser Stärke mehr oder weniger Kochsalz aufgelöst enthält, so ist es nöthig, dieselbe langsam und noch weiter einzudampfen und deren Dichtigkeit zu 1,370 bis 1,386 sp. G. oder 39 bis 40° B. zu bringen, und dennoch hält die so weit concentrirte Lauge immer noch etwas Kochsalz in Auflösung zurück.

Drei Eimer einer eingekochten, von Chlorcalcium vollkommen freien Mutterlauge (108 Pf. an Gewicht) = 1,370 sp. Gew. wurden in einen engen und dabei hohen Bottich gegeben und unter stetem Umrühren so lange mit Hornspiritus versetzt, bis derselbe sehr schwach vorstand. Das Gemisch bildete einen dünnen Brei, der selbst nach 12 Stunden sich nicht abgelagert hatte, um Flüssigkeit abschöpfen zu können, wesshalb man noch zwei Eimer Wasser hinzufügte und gut durchrührte; nach wieder 12 Stunden ruhigen Stehens konnte man kaum ¼ Eimer klare Flüssigkeit abnehmen, welche eine dunkelgelhe Farbe besass und neben prädominirendem kohlensaurem Ammoniak eine nicht unbeträchtliche Menge Magnesia aufgelöst enthielt. Da man nun vermuthete, dass Wärme angewendet werden müsse, um die Magnesia vollkommen zu fällen, wurden Niederschlag und Flüssigkeit in einen Kessel gebracht, noch 2 Eimer Wasser hinzugefügt und unter langsamem Umrühren bis 81° C. erhitzt, wodurch die präcipitirte Magnesia noch mehr quoll, d. i. ihr Volumen sich vermehrte; es wurde nun der Kesselinhalt zurück in den Bottich gegeben und bis den nächsten Tag sich selbst überlassen. Nach dem Erkalten brachte man Alles auf den Aussüsseapparat, und wusch so lange mit Wasser, bis dasselbe nicht salzig mehr schmeckte.

Die erhaltene kohlensaure Magnesia hatte eine gelbliche Farbe und roch etwas nach animalischem Oel, und wiewohl die Magnesiastücke nach dem Trocknen sehr locker sich zeigten, so hatten sie dennoch die gelbliche Farbe durchaus nicht, und den urinösen Geruch nicht merklich verloren.

Digitized by Google

Die Hälfte der kohlensauren Magnesia wurde mit Schwefelsäure behandelt; das ausgeschiedene kohlensaure Gas in Bleiauflösung geleitet gab ein untadelhaftes Bleiweiss. Die erhaltene Bittersalzauflösung war gelblich gefärbt und es schwammen schwärzliche Flocken in derselben (jedenfalls Brandharztheilchen); durch Behandlung mit Kohle erhielt man eine ungefärbte Flüssigkeit, welche, zur Krystallisation eingedampft. ein weisses, geruchfreies und chemisch reines Bittersalz gab.

Die andere Hälfte der kohlensauren Magnesia wurde im Tiegel geglühet, wodurch eine untadelhafte gebrannte Magnesia erhalten wurde.

Was die beim Aussüssen der Magnesia erhaltenen Flüssigkeiten belangt, so wurden die schwächeren fortgegossen, die mehr salzigen aber von 1° bis höher hinauf bis zum Krystallisationspunkte eingedämpft. Der erhaltene Salmiak, selbst der aus der ersten Krystallisation hervorgegangene, hatte eine gelbe Farbe, und musste mehrmals aufgelöst und mit Kohle behandelt werden, um ihn rein weiss zu erhalten, der urinöse Geruch war, wiewohl in sehr geringem Grade, dennoch bemerkbar. Der Salmiak enthielt Spuren von Schwefelsäure und Kochsalz, und eine nicht geringe Menge eines Doppelsalzes, aus Chlorammonium und Chlormagnesium bestehend. Das Chlormagnesium wird durch kohlensaures Ammoniak mithin auch in der Wärme nicht total zersetzt, oder vielmehr es entsteht nebenbei noch eine andere neue, die ebengenannte Verbindung.

Ein Theil des aus dieser Arbeit hervorgegangenen gelblichgefärbten Salmiaks wurde, ohne denselben vorher durch Kohle gereinigt zu haben, in einem kleinen Gefässe der Sublimation unterworfen. Es entwickelten sich, nachdem das anhängende Wasser ausgetrieben war, salzsaure Dämpfe, herrührend von der Zersetzung des obenerwähnten Doppelsalzes, das Gefäss beschlug sich dabei oben im Halse mit einer schwarzen Substanz, entspringend aus der Zersetzung von Brandharz oder anderen im Hornspiritus enthaltenen Theilen. Der erhaltene Salmiak war etwas grau von Farbe, verhielt sich gegen Reagentien indess chemisch rein. Der Rückstand im Sublimirkolben löste sich nicht vollständig in Wasser auf, es schied sich etwas Kohle und eine weisse pulverförmige Substanz ab, welche in Magnesia bestand; die filtrirte Flüssigkeit erschien ungefärbt und enthielt neben etwas Salmiak und Kochsalz auch Spuren von Schwefelsäure und Kalkerde.

Digitized by Google

Das Uebrige des rohen gelblich gefärbten Salmiaks wurde, mit etwas Kohle vermischt, im Sublimirkolben aufgetrieben und lieferte einen weissen und dichten Kuchen; der Sublimater wies sich chemisch rein und vollkommen geruchfrei.

Wollte man den Salmiak auf vorstehende Art bereiten und nebenbei kohlensaure Magnesia gewinnen, dann würde man, unter allen Umständen, den Spiritus erst in einer Vorrichtung nach grossem Massstabe einigemal durch Kohle zu filtriren haben, ehe man ihn mit Mutterlauge behandelt. Zudem würde die Magnesia schwerlich jene blendende Weisse besitzen, welche man im Handel an ihr gewöhnt ist, und sie dürfte vielleicht nur zu calcinirter zu verwenden sein. Und den Salmiak anlangend, so würde derselbe, wenn man ihn auf dem Wege der Krystallisation auch weiss und vielleicht frei von Geruch herstellen kann, in Bezug auf seine chemische Reinheit nicht den Ansprüchen genügen, welche man an ihn macht; es sei denn, derselbe würde durch Sublimation gereinigt.

B. Zersetzung der Mutterlauge durch schwefelsaures Ammoniak.

50 Pf. schwefelsaures Ammoniak wurden in 5 Eimern eingekochter Mutterlauge (180 Pf.) zu 39° B. in einem flachen eisernen Kessel gelöst und dann zur Trockne abgeraucht. Die Hälfte der erhaltenen Masse wurde in einen gläsernen Ballon gethan, derselbe in einen tiefen eisernen Kessel gesetzt und mit Sand bis an den Hals umschüttet; darauf wurde gelindes Feuer gegeben und so lange unterhalten, bis sich an der über den Ballon gehaltenen Hand keine Feuchtigkeit mehr ansetzte. Jetzt nahm man etwa 2 Hand breit vom Halse des Glases den Sand weg, bedeckte die Oeffnung mit einem Kreidedeckel und gab nun ein 6 stündiges Glühfeuer. Als bei Verminderung des aus der Oeffnung aufsteigenden Rauches sich kein bedeutender Salmiakgehalt mehr vermuthen liess, liess man das Feuer ausgehen. Nach dem Erkalten wurde die Flasche zerschlagen; der Sublimat war locker und ziemlich stark gefärbt. Derselbe wurde nebst einer Portion Salmiak, welcher locker auf dem Rückstande sass, bei Seite gestellt. Die zweite Hälfte des zur Trockne abgerauchten Salzgemisches wurde wie die erste behandelt, und dann der von beiden Portionen erhaltene Salmiak mit einem Zusatze von einigen Pfunden Kohle in einem Sublimirkolben nochmals aufgetrieben.

Digitized by Google

Der nun erhaltene Salmiakkuchen war nur oben auf und im Halse des Kolbens gelblich gefärbt, übrigens vollkommen fest und weiss; das Gewicht des Kuchens betrug $15\frac{1}{2}$ Pf.

Die Ballonrückstände aus den beiden ersten Operationen wurden im eisernen Kessel in kochendem Wasser gelöst und die Flüssigkeit durch Kohle filtrirt; man erhielt durch Eindampfen der Lauge bis zu 33° B., während dessen sich noch etwas Kochsalz abschied, durch Krystallisation ein recht weisses Bittersalz, mit welchem zugleich aber auch, vielleicht auch etwas früher, Doppelsalze, aus schwefelsaurer Magnesia und schwefelsaurem Ammoniak, und aus schwefelsaurer Magnesia und schwefelsaurem Kali bestehend, krystallisirten.

C. Zersetzung des Eisenchlorürs durch Hornspiritus.

Einige Jahre hindurch habe ich Glaubersalz durch Zersetzung des Kochsalzes mittelst Harzer Eisenvitriol bereitet. Die Mutterlauge aus dieser Arbeit enthält, der grössten Menge nach Eisenchlorür, etwas Kochsalz, Glaubersalz, Zink- und Kupferchlorid u. dgl. mehr.

Um diese Lauge versuchsweise auf Salmiakerzeugung zu benutzen, wurde dieselbe mit rein gewaschenen alten Nägeln und anderen Eisenabfällen, ohne Unterstützung von Wärme, in Berührung gebracht. Nach der hiedurch bewirkten Fällung des Kupfers wurde die Flüssigkeit abgehoben, in einen Bottich gebracht, ihrem Volumen nach mit der Hälfte Wasser verdünnt und dann soviel Hornspiritus zugerührt, bis dessen Ammoniak unbedeutend vorstand. Es darf nicht zu viel Spiritus auf einmal zugesetzt werden, weil die Masse bei jedesmaligem Zugiessen desselben sehr stark aufschäumt. Die Flüssigkeit wurde von sich gesetztem Niederschlage klar abgehoben, auf den Rückstand etwas Wasser gegossen, gut durchgerührt und dann auf einen Spitzbeutel gebracht. (Das getrocknete und nachher geglühte Eisenoxyd gibt einen guten Colcothar, als Malerfarbe.)

Sämmtliche Flüssigkeiten wurden in einem eisernen Kessel eingekocht, dann der Krystallisation unterworfen und diese Arbeit so lange wiederholt, bis eine geringe Menge einer braungefärbten Mutterlauge verblieb, die man für andere Zwecke zur Seite stellte. Der erhaltene gelbgefärbte Salmiak wurde in der Wärme in Wasser gelöst und mit Thierkohle behandelt, wodurch man denselben sehr weiss, aber nicht gänzlich frei von Geruch erhielt;

Digitized by Google

derselbe war frei von Eisen und Kupfer, enthielt aber etwas Glauber- und Kochsalz und eine Spur Zink. Dieser weisse, krystallisirte Salmiak mit etwas Kohle gemischt und in einem Sublimirkolben aufgetrieben, gab ein weisses und klingendes Brod, frei von Geruch und frei von irgend einer fremden Beimischung.

D. Aus Hornspiritus und Salzsäure.

Die beste und schnellste Bereitung des Salmiaks besteht ohnstreitig darin, den Horn-, Knochen- oder Urinspiritus mit Salzsäure zu neutralisiren, wenn die Materialien zu der Bereitung derselben billig herzulegen sind, wenn man einen guten Absatz im Grossen nicht dafür haben und einen guten Preis nicht dafür erhalten kann, und, wenn endlich man nicht selbst den schwefelsauren Kalk bei mehreren Arbeiten als Nebenproduckt im breiigen Zustande gewinnt.

Die Salzsäure anbelangend, so liegt's im eigenen Interesse, eine von Schwefelsäure möglichst freie zu verwenden; man findet eine solche meistens in der dritten Vorlage, bei der Destillation der rohen Salzsäure in Cylindern, oft ist sie in dieser ganz frei von Schwefelsäure. Die Vorrichtung, der ich mich zu der Neutralisation beider Flüssigkeiten bediene, besteht in 2 Bottichen, deren einer zwei- bis dreimal mehr Rauminhalt besitzt als der andere. Der kleinere hat im Verhältniss zu seiner Höhe etwas mehr Durchmesser, dahingegen der grössere mehr hoch als weit ist; jeder hat etwas über dem Boden einen Hahn zum Ablassen und es steht der kleine höher als der grosse, damit die Flüssigkeit aus dem ersten, durch den Hahn oder mittelst eines bleiernen Hebers, in den letztern abgelassen werden kann.

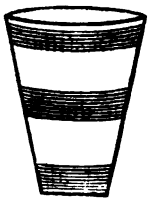
Den kleinen Tubben fülle ich zur Hälfte oder zu $\frac{2}{3}$ mit Spiritus und setze so lange Salzsäure in nicht zu grosser Menge auf einmal und unter langsamem Umrühren mit einem grossen hölzernen Spatel hinzu, bis das Ammoniak sehr schwach, fast unmerklich vorsteht. Hierauf lasse ich die abgesättigte Flüssigkeit in den grossen oder Klärbottich laufen.

Das Absättigen des Spiritus mit Säure wird in dem kleinen Tubben so lange und so oft wiederholt bis der grosse gefüllt ist. Nach mehrstündigem Stehen wird das auf der Flüssigkeit schwimmende Oel mit einer kleinen hölzernen Handschaufel, Löffel o. dgl. abgeschöpft, dann die geklärte Flüssigkeit in eine aus Eisenblech gefertigte Pfanne gebracht und dieselbe angefeuert. Es wird

Digitized by Google

darauf wieder mit dem Neutralisiren der Ammoniakauflössung mit Salzsäure begonnen, wie angegeben fortgefahren, und kann man diese Arbeit so lange wiederholen, wie man will oder welche Spiritusmenge man zur Zeit zu verarbeiten sich vorgenommen hat. Der erhaltene Laugenbestand wird nach und nach in der Pfanne eingekocht, das während des langsamen Kochens sich auscheidende Oel von Zeit zu Zeit mit der Handschaufel abgenommen und, hat die Lauge eine solche Stärke erlangt, dass sie zu laufen anfängt, d. h. eine dünne Salzhaut bekommt, dann zieht man das Feuer vor und giesst die Lauge, durch ein über einen grossen Tenakel gespanntes Stück Flanell, in sehr niedrige Tubben, in denen sie sich selbst überlassen bleibt. Nach etwa 18 bis 24 Stunden zieht man die Lauge von dem krystallisirten Salmiak mittelst eines Hebers ab und kocht sie mit einer frischen Quantität schwacher in der Pfanne ein, oder hebt sie für eine neue Campagne auf.

Fig. 26.



Der rohe Salmiak wird zum Abtröpfeln der anhängenden Lauge auf einen grossen hölzernen Trichter gegeben; ein solcher Trichter ist ein konisches Gefäss mit durchlöchertem Boden, die Löcher haben $\frac{1}{8}$ bis $\frac{3}{16}$" im Durchmesser.

Die allerletzte, von mehreren Operationen herrührende und sehr dunkelgefärbte Lauge kann man, um sie aus dem Wege zu schaffen, gelegentlich in einem kleinen eisernen Kessel bis fast zur Trockne eindampfen, dann mit einigen Pfunden gröblichgepulverter Kohle vermischen und unter Umrühren weiter eintrocknen; dieses Gemenge bringt man in einen Sublimirkolben und treibt den Salmiak auf.

Hat man eine entsprechende Quantität rohen Salmiaks vorräthig, dann bringt man davon in $2\frac{1}{2}$ bis 3 Fuss hohe Bottige und giesst so viel kaltes Wasser hinzu, um eine concentrirte Flüssigkeit zu erhalten, während man zugleich, etwa $\frac{1}{2}$ Handschaufel voll, gröblichzerstossene Holzkohle (— weil sich dieselbe nicht so zu Boden legt wie Thierkohle —) zugibt, und durch zeitweiliges Umrühren mit einem hölzernen Spatel das Auflösen unterstützt. Ist dasselbe erfolgt, dann schüttet man auf jeden in dem Filtrirgestell hängenden Spitzbeutel, aus Flanell oder Filz gefertigt, etwa $\frac{1}{2}$ Handschaufel voll gröblichgepulverter Thierkohle, rührt die in den Bottichen befindliche Auflösung nochmals um und filtrirt sie. Die ablaufende, zuerst trübe Flüssigkeit wird so lange

Digitized by Google

auf die Beutel zurückgegeben bis sie vollkommen klar erscheint. Sämmtliche geklärte Lauge wird in einem eingemauerten, von 300 bis 400 Quart Wasser fassenden, zinnernen Kessel bis zum starken Krystallisationspunkte eingekocht und darauf in niedrigen hölzernen Tubben der Krystallisation unterworfen. Die auf den Spitzbeuteln befindliche Kohle gibt man in einen besondern Bottich, und wenn davon ein guter Vorrath da, wird sie mit Wasser angerührt auf Spitzbeutel gegeben und ausgesüsst. Die abgelaufene schwache Salmiakauflösung kann man statt Wasser zum Auflösen des rohen Salzes verwenden und die Kohle in irdenen Töpfen wieder mit durchbrennen. (M. s. den Artikel „Verkohlung thierischer Substanzen".)

Nach dem vollkommenen Erkalten wird der Salmiak auf grosse leinene Spitzbeutel, oder auf grosse irdene oder hölzerne Trichter gebracht, die Lauge aber zurück in die $2\frac{1}{2}$ bis 3 Fuss hohen Bottiche gegeben, derselben 1 bis 2 Th. Wasser zugesetzt, durch neu hinzugefügten rohen Salmiak aus der ersten Krystallisation wiederum concentrirt, und verfährt man hier mit dem Kohlenzusatz und dem Umrührnn. dem Filtriren, Einkochen, Krystallisiren u. s. w. gerade wie das erste Mal.

Durch 3 bis 4 maliges, oft auch erst durch 5 maliges Wiederauflösen, Behandeln mit Kohle und Einkochen im zinnernen Kessel erhält man den Salmiak frei von dem urinösen Geruche. Sollte hin und wieder ja eine Salzsäure verwendet worden sein, welche nur leicht durch Schwefelsäure verunreinigt war, so bleibt das gebildete schwefelsaure Salz meistens in der ersten Mutterlauge zurück; war ihr Gehalt aber ziemlich bedeutend, so wird auch der äusserlich gute Salmiak dadurch verunreinigt sein, und hat man, will man denselben gänzlich davon befreien, ihn mit einer geringen Menge Kochsalz vermischt zu sublimiren.

Der Salmiak wird auf Horden, aus Span oder Holz geflochten, die man mit Papier belegt, in der Trockenkammer scharf ausgetrocknet.

Das aus dieser Arbeit hervorgegangene Präparat wird, frei von schwefelsaurem Salz, als gereinigter Salmiak in Krystallen in den Handel gebracht, zugleich aber auch, wiewohl in geringer Menge, in Form von Zuckerhüten (Hutsalmiak) abgegeben.

Um den Salmiak in Hutform zu bringen, bedient man sich sowohl zinnerner Formen, als auch solcher aus weissem Steingut

Digitized by Google

oder aus Sanitätsgeschirr gefertigter. Die zinnere Form besteht aus zwei muldenförmigen Theilen, die durch Falze genau aufeinander passen, und durch zwei eiserne Zwingen festgeschroben werden; die aus Sanitätsgut bestehen aus Einem Stück. Die Höhe im Lichten beträgt von 12¼ bis 12½", bei einer Lichtenweite oben von 6⅞ bis 7"; am schmäleren Ende hat die Form ein kleines Loch, durch welches die Feuchtigkeit austritt.

Fig 27.

Man nimmt von dem auf dem leinenen Beutel befindlichen vollkommen von Geruch befreieten Salmiak, aus welchem die Lauge möglichst abgetropft ist, rührt denselben in einem irdenen oder porzellanenen Gefässe mit siedend heissem Wasser zum Brei an, bringt letztern in die in einem Gestell stehenden Formen, deren Spitzen nach unten gekehrt, drückt und presst in diese, mittelst eines aus hartem Holz gefertigten Pistills, das Salz fest ein; wenn gefüllt, werden die Formen abgenommen und die Brode auf Horden, die mit Papier belegt sind, in die Trockenkammer gestellt. Ein solcher Hut oder Brod wiegt von 5 bis 5¼ Pfund.

E. Aus schwefelsaurem Ammoniak und Kochsalz.

Die Bereitung des schwefelsauren Ammoniaks ist bereits (S. 21) angegeben; doch würde es unnöthig sein, die aus Spiritus und Gyps bereitete Auflösung desselben einzukochen und das in krystallinischer Form ausgeschiedene Salz wieder aufzulösen, sondern man setzt derselben unmittelbar die erforderliche Menge Kochsalz zu. Ist der anzuwendende Spiritus schwach, dann kann man denselben nach Belieben durch Auflösen von jenem brenzlichtöligem kohlensaurem Ammoniak verstärken, welches bei der trocknen Destillation von Knochen und Horn an den Oberböden und Seiten der Fässer erhalten wird; ich habe den Spiritus, wenn zu schwach, durch Zusatz des ebenerwähnten Hirschhornsalzes zu einer Stärke von 12 bis 13° B. gebracht.

Um ein wo möglich richtiges Verhältniss des Kochsalzes zu dem durch Gyps zersetzten Spiritus auszumitteln, wurden mehrere Versuche angestellt, von denen ich das Mittel nachstehend mittheile.

Digitized by Google

50 Pf. Spiritus zu 12½ Grad wurden mit Schwefelsäure zu 60° Stärke genau gesättigt. Bei Anwendung dieser concentrirten Säure konnten nach dem Erkalten eine grössere Menge Oel und andere im Spiritus enthaltene Unreinigkeiten von der Oberfläche abgeschöpft werden, als es beim Verwenden einer mehr verdünnten Säure der Fall war. Es wurden durch Eindampfen 12½ Pf. trockner krystallisirter Salmiak von hellgelber Farbe erhalten. Man löste das Salz in Wasser zu einer Stärke von 13 Grad auf, wobei sich eine animalisch-organische Substanz, in Form kleiner, zerreiblicher Blättchen, ausschied, die nach ruhigem Stehen auf der Oberfläche der Flüssigkeit sich sammelte; es wurde hierauf keine Rücksicht weiter genommen. Nachdem man die Auflösung erwärmt, löste man in derselben 9 Pf. Kochsalz auf, filtrirte und überliess dieselbe der Krystallisation. Nach 24 Stunden wurde die Lauge von dem ausgeschiedenen Glaubersalz entfernt, ziemlich weit eingedampft und dann abermals zum Krystallisiren kalt gestellt. Der jetzt erhaltene Salmiak zeigte sich frei von schwefelsaurem Ammoniak, enthielt jedoch Glaubersalz und eine sehr geringe Menge Kochsalz. Die übrige Salmiaklauge wurde eingedampft und zur Trockne gerührt. Das Gewicht des oben erhaltenen, gelblich gefärbten und an der Luft getrockneten Glaubersalzes betrug 22 Pfund. Der sämmtlich erhaltene Salmiak wurde in kaltem Wasser gelöst, der Auflösung etwas Thierkohle zugerührt, filtrirt, eingedampft und darauf in der Kälte sich selbst überlassen, wodurch sich noch 1½ Pf. kochsalzhaltiges Glaubersalz abschied, welches vollkommen weiss und geruchfrei war. Aus den zuerst gewonnenen 22 Pf. erhielt man durch Wiederauflösen, Filtriren durch Kohle und Krystallisation 21½ Pf., so dass die ganze Ausbeute 23 Pf. betrug. Durch mehrmaliges Behandeln des Salmiaks mit kaltem Wasser und Kohle, erhielt man denselben durch Krystallisation vollkommen weiss und geruchfrei; dessen Gewicht betrug 6¾ Pfund.

Um den Salmiak im Grossen zu bereiten, habe ich das vorstehende Verhältniss des Kochsalzes zum schwefelsauren Ammoniak stets beibehalten.

40 Wasser-Eimer der durch Zersetzung des 12 bis 13 grädigen Spiritus mittelst Gyps erhaltenen schwefelsauren Ammoniaklauge werden im grossen eisernen Kessel bis auf etwa 50° C. erhitzt, dann in zwei Bottiche vertheilt, deren jeder etwa zu ⅘ damit angefüllt wird und die Flüssigkeit dann durch Schwefelsäure

Digitized by Google

neutralisirt. Sobald dies geschehen, werden der Lauge, für je den Bottich 66 Pfund Kochsalz zugesetzt, dessen Auflösen man durch tüchtiges Umrühren unterstützt. Nach vollständiger Auflösung lässt man die Mischungen 2—3 Tage stehen, während welcher Zeit sich das gebildete Glaubersalz an den Seitenwänden und auf den Böden der Gefässe ausscheidet. Die Lauge wird in den eisernen Kessel zurückgegeben, bis zum Erscheinen einer dünnen Salzhaut langsam eingekocht und dann durch ein flanellenes Tuch in niedrige Tubben zum Krystallisiren gegeben. Das während des Kochens sich abscheidende Oel wird mit einer Handschaufel abgenommen, auch scheidet sich öfters etwas Glaubersalz aus, welches man zum Theil am Boden des Kessels findet. Nach dem Erkalten wird der Salmiak entfernt und die Flüssigkeit nochmals so weit eingedampft wie das erste Mal. Die nach dem zweiten Auskrystallisiren des Salmiaks verbliebene Lauge kann man weiter eindampfen oder gibt sie einem neuen Ansatze bei.

Ist eine hinreichende Menge rohen Salmiaks zur Hand, dann löst man in jenen $2\frac{1}{2}$ bis 3 Fuss hohen Bottichen, deren bei der Zersetzung des Hornspiritus durch Salzsäure (S. 41) Erwähnung geschehen, so viel davon auf, dass eine möglichst concentrirte Auflösung erhalten wird, und verfährt mit dem Filtriren, Einkochen u. s. w. gerade so, wie dort beschrieben. Es ist indess zu bemerken, dass man in dieser Arbeit das erste Einkochen nicht ganz bis zum Erscheinen eines Salzhäutchens treiben darf, weil der erste Salmiakanschuss noch durch Glaubersalz verunreinigt ist; die übrigen Krystallisationen sind meistens alle frei davon. Denjenigen Salmiak, welcher sich nicht gänzlich frei von Glaubersalz zeigte, habe ich zur Sublimation benutzt.

Das Glaubersalz kann entweder gereinigt und als solches in den Handel gebracht werden, oder man benutzt es zur Sodabereitung.

Ich habe diese Arbeiten sehr oft im Grossen durchgeführt und berechnet, und gefunden, dass eine Auflösung, welche 100 Pf. rohes schwefelsaures Ammoniak enthielt, zur Zersetzung 65 bis 66 Pf. Kochsalz bedurfte, und daraus im Mittel erhalten wurden: 49 Pf. reinweisser Salmiak und 170 Pf. ungefärbtes krystallisirtes Glaubersalz.

Was die Sublimation anlangt, so ist's ein Haupterforderniss, das derselben zu unterwerfende Chlorammonium scharf ausgetrocknet anzuwenden, was ich am besten und auf die rein-

Digitized by Google

lichste Weisse in einer 5 Fuss langen, 3 Fuss breiten und 7 Zoll tiefen, aus glasurten Fliessen aufgemauerten Pfanne durchgeführt habe. Meine Sublimirgefässe sind eiförmige Glasballons, die in kapellenförmigen eisernen Kesseln (ohne Ausschnitt) im Galeerenofen zu 10 Stück eingesetzt werden; jeder Ballon wurde mit 24 Pf. scharfgetrockneten Salmiaks beschickt, dem man ¼ Pfund ebenfalls scharfgetrocknetes Kochsalz beigemischt hatte. Die Ballons werden bis an deren Hälse mit Sand umschüttet; zu Anfang wird ein gelindes Feuer gegeben, welches man nach und nach um ein weniges verstärkt, bis man an über die Flaschenmündungen gehaltenen Papierstreifen keine Feuchtigkeit mehr wahrnehmen kann. Dann schiebt man zwei gute Handbreit den Sand vom Halse des Glases zur Seite, bedeckt die Oeffnung mit einem Kreidedeckel und gibt und unterhält so lange Glühfeuer, bis Alles aufgetrieben ist, was man daran erkennt, dass beim Wegschieben des Sandes dicht unter dem Rande des geschmolzenen Kuchens oder Brodes keine, oder nur wenig, weisse Nebel mehr sichtbar sind. Sollten, was sich und namentlich bei unregelmässiger Feuerung öfters ereignen dürfte, die Oeffnungen, ehe alle Wasserdämpfe entwichen, durch Salmiak verschlossen werden, dann hat man dieselben von Zeit zu Zeit mittelst eines reinen Eisenstabes, dessen zugespitztes Ende vorher heiss gemacht worden, zu durchstechen.

Von dem Balloneinsatze zu 24 Pf. getrockneten Salmiaks habe ich im glücklichsten Falle niemals mehr als 21 Pf. erhalten, in der Regel zwischen 18 bis 20 Pf., im Mittel ein Salmiakbrod von 19 Pfunden.

Ich habe mehrmals versucht, in einem eisernen Kessel mit eisernem Aufsatz den Salmiak zu sublimiren; jedoch hat mir solches niemals recht gelingen wollen. Der sublimirte Salmiak bildete allerdings einen schöngeschmolzenen Kuchen, zeigte aber nach mehrmaligem Abhobeln dennoch gelbliche (Eisen-) Streifen, die ½ Zoll tief und mehr in die Masse hineindrangen. Wahrscheinlich lag der Fehler darin, dass der Aufsatz nicht gut genug ausgedreht worden war, und desshalb splittrige Vertiefungen enthalten mochte.

Schliesslich habe ich bei der Salmiakbereitung noch zu bemerken, dass ich zum Oeftern auch, jedoch nur auf Bestellung, den **Eisensalmiak** (Ammonium muriaticum ferratum s. martiatum; Ammonio-chloride of iron) habe anfertigen lassen, den

Digitized by Google

sublimirten sowohl als auch den auf nassem Wege bereiteten. Da jedoch die Vorschriften der verschiedenen Pharmacopöen, bezüglich des Eisengehaltes in diesem Präparate, abweichen und dasselbe bald nach dieser bald nach jener bereitet verlangt wurde, auch keine besonderen Handgriffe dabei erforderlich sind, will ich es übergehen, dessen simple Darstellungsweise zu beschreiben.

Phosphorsaures Ammoniak.

$2\,NH_4O,HO + PO_5$.

(Ammonium [oxydatum] phosphoricum; Phosphate d'ammoniaque; Phosphate of ammonia.)

Eine beliebige Menge reiner, durch Oxydation des Phosphors mittelst Salpetersäure bereiteter, Phosphorsäure von einem spec. Gewichte = 1,380 bis 1,400 wird in eine porzellanene Schaale gegeben und im Sandbade schwach erwärmt, worauf man unter Umrühren mit einem Glasstabe Aetzammoniakauflösung im Ueberschuss zusetzt. Sobald ein nur noch schwacher Geruch nach Ammoniak bemerkbar ist, wird die Schaale aus der Wärme entfernt und zur Krystallisation an einen kühlen Platz gestellt. Die Krystalle werden auf einem Glastrichter gesammelt und, wenn ziemlich abgetrocknet, auf Druckpapier ausgebreitet, nachgetrocknet. Die Lauge wird langsam weiter eingedampft, darauf Aetzammoniak im schwachen Ueberschuss zugesetzt und wie das erste Mal verfahren. Sorgt man beim Entfernen der Auflösung aus der Wärme nicht dafür, dass das Ammoniak unbedeutend prädominirt, dann erhält man kein neutrales, sondern ein saures Salz. Ich habe dieses Salz in Mengen von 2 bis 3 Pfunden für jede Operation bereitet; und was die allerletzte Mutterlauge anlangt, so wurde dieselbe dem rohen phosphorsauren Ammoniak, zur Darstellung der Phosphorsäure, beigegeben.

Das neutrale phosphorsaure Ammoniak krystallisirt in vierseitigen Pyramiden; es hat einen kühlend stechenden Geschmack, löst sich leicht in Wasser, nicht in Alkohol, verwittert oberflächlich in trockener Luft, wobei es Ammoniak verliert und sauer

Digitized by Google

wird. Es muss in gut verschlossenen Glässern an einem kühlen, trocknen Platze aufbewahrt werden; es kann durch Schwefelsäure, Salpetersäure, Chlor, arsenige Säure verunreinigt sein.

Salpetersaures Ammoniak.

$NH_4O + NO_5$.

(Flammender Salpeter, Knallsalpeter; Ammonium [oxydatum] nitricum, Nitrum flammans; Nitrate d'ammoniaque; Nitrate of ammonia.)

Fünf Pfund chemischreiner Salpetersäure von 42° B. = 1,414 spec. Gew. wurden in einer porcellanenen Schaale so lange mit Aetzammoniakauflösung von 0,960 spec. Gew. versetzt bis Lackmuspapier sich nicht mehr roth färbte; an Salmiakgeist wurden $10\frac{1}{4}$ Pf. verbraucht. Die Lauge dampfte man in gelinder Wärme zur Krystallisation ein und liess langsam abkühlen, wodurch Krystalle von ansehnlicher Grösse anschossen. Nachdem die Flüssigkeit von den Krystallen abgegossen, gab man dieselben auf einen Glastrichter, welcher mit einer Glasplatte bedeckt wurde und, als die denselben anhängende Lauge abgetropft war, trocknete man sie sogleich zwischen Druckpapier und brachte sie in eine gut zu verschliessende Stöpselflasche mit weiter Mündung.

Die rückständige Flüssigkeit wird unter Zusatz von etwas Salmiakgeist weiter eingedampft, und mit derselben wie angegeben verfahren. Man erhielt von 5 Pf. Salpetersäure und $10\frac{3}{8}$ Pf. Aetzammoniak, beides von obenbemerkter Dichtigkeit, $3\frac{3}{4}$ Pf. salpetersaures Ammoniak.

Das Salz krystallisirt in wasserhellen gestreiften biegsamen Säulen, aus einer sehr concentrirten und schnell abgekühlten Lösung schiesst es in langen, elastisch-biegsamen Fäden, wie ein Gespinnst an; es schmeckt bitter, kühlend, scharf, löst sich in 2 Th. kalten und gleichen Theilen kochenden Wassers auf, wird leicht feucht und zerfliesst, wird bei 250° C. in Stickstofloxydulgas und Wasser zersetzt und explodirt auf glühenden Kohlen. Dasselbe kann durch Schwefelsäure, Chlor, Jod, Kalk, Kupfer verunreinigt sein.

Digitized by Google

Oxalsaures Ammoniak.

$NH_4O + C_2O_3 + HO$ oder $NH_4O + \overline{O} + HO$.

(Kleesaures oder sauerkleesaures Ammoniak; Ammonium [oxydatum] oxalicum; Oxalate d'ammoniaque; Oxalate of ammonia.)

In einer grossen porcellanenen Schaale wurden $6\frac{1}{2}$ Pfund destillirtes Wasser im Sandbade stark erwärmt und darin 3 Pf. (aus Zucker) selbstbereiteter Oxalsäure, von deren vollkommener Reinheit man hinlänglich überzeugt war, aufgelöst. Hierauf fügte man unter Umrühren mit einem Glasstabe Aetzammoniakauflösung von 0,960 spec. Gew. im schwachen Ueberschuss hinzu — 9 Pf. waren erforderlich —, liess die Schaale noch $\frac{1}{2}$ Stunde lang im Sandbade und stellte sie dann in die Kälte. Nach Verlauf von einem Tage wurden die Krystalle auf einem Trichter gesammelt und die zurückgebliebene Flüssigkeit weiter verdunstet. Sämmtliche Krystalle trocknete man an der Luft auf Druckpapier ausgebreitet; sie wogen $3\frac{5}{16}$ Pfund und erwiesen sich von untadelhafter Beschaffenheit.

Das neutrale oxalsaure Ammoniak krystallisirt in weissen, zarten, vierseitigen Nadeln, löst sich ziemlich schwer in — 25 Theilen — kaltem Wasser auf, leichter in heissem, nicht in Weingeist, verwittert etwas an der Luft, und kann durch Salpetersäure, Schwefelsäure, Chlor und auch durch Kali verunreinigt sein.

Oxamid. Im Jahre 1835 wünschte ein Gelehrter von uns eine geringe Menge eines jener Zersetzungsproduckte von der trocknen Destillation des oxalsauren Ammoniaks zu haben, welches Dumas Oxamid genannt hat. Zu diesem Zwecke wurden 8 Unzen oxalsauren Ammoniaks der trocknen Destillation unterworfen, wodurch man nicht mehr als 2 Drachmen Oxamids erhielt, einer geruch- und geschmacklosen Substanz und in Form von weissen Blättchen.

Digitized by Google

Weinsteinsaures Ammoniak.

$NH_4O + C_4H_2O_5 + HO$ oder $NH_4O + \overline{T} + HO$.

(Ammonium [oxydatum] tartaricum; Tartrate d'ammoniaque; Tartrate of ammonia.)

Vier Pfund Weinsteinsäure wurden in einer, im Sandbade stehenden, porcellanenen Schaale in 6 Pf. destillirten Wassers gelöst und so lange zerriebenes kohlensaures Ammoniak hinzugefügt, bis das Aufbrausen aufhörte und das Ammoniak schwach in der Flüssigkeit vorstand; darauf wurde die Flüssigkeit filtrirt, in gelinder Wärme weiter eingedampft und zur Krystallisation an einen kühlen Ort gestellt. Nach 24 Stunden sammelte man die Krystalle auf einem Trichter und dunstete die Lauge weiter ab. Sämmtliche Krystalle wurden, auf Druckpapier ausgebreitet, an der Luft getrocknet. Die angewandten 4 Pf. Weinsteinsäure erforderten $3\frac{5}{8}$ Pf. kohlensaures Ammoniak und gaben $4\frac{3}{4}$ Pf. weinsteinsaures Ammoniak.

Das neutrale Salz krystallisirt in nadelförmigen, pyramidal zugespitzten Krystallen, welche in kaltem Wasser leicht löslich sind, doch schwerer löslich als in heissem, und an der Luft verwittern, wodurch das Salz sauer wird. Dasselbe muss in verschlossenen Gefässen, vor Luftzutritt geschützt, aufbewahrt werden, und kann durch Schwefelsäure und Salzsäure verunreinigt sein.

Bei Anfertigung dieses Präparats ist es sehr nöthig, die Auflösung neutral zu machen, wenigstens die Säure nicht im Mindesten prädominiren zu lassen, weil bei Säureüberschuss sich schwerlösliches, pulverförmiges, saures weinsteinsaures Ammoniak bilden würde.

In einigen chemischen Lehrbüchern wird gesagt, dass das neutrale weinsteinsaure Ammoniak in kaltem Wasser leichter auflöslich sei, als in heissem; diese Behauptung habe ich nicht bestätigt gefunden.

Bernsteinsaures Ammoniak.

$(NH_4O + C_4H_2O_3) + HO$ oder $(NH_4O + \overline{S}) + HO$.

Bei Darstellung dieses Präparates ist insbesondere dahin zu sehen, dass eine nicht nur reine, sondern auch geruchfreie

Digitized by Google

Bernsteinsäure angewendet werde, über deren Bereitung weiter unten das Nähere.

Zwei Pfund vollkommen reine, ungefärbte, krystallisirte Bernsteinsäure werden im feinzerriebenen Zustande in eine porcellanene Schaale gegeben, und nach und nach so viel Aetzammoniakauflösung hinzugesetzt bis die Auflösung etwas alkalisch reagirt. Bei Anwendung von kohlensaurem Salz hat man die 2 Pf. Säure in der Schaale mit etwa $2\frac{1}{2}$ Pf. destillirten Wassers zu übergiessen und im Sandbade zu erwärmen, worauf man von dem gröblichgepulverten kohlensauren Ammoniak so viel hinzufügt, bis die Auflösung gleichfalls eine alkalische Reaction zeigt. Dieselbe wird filtrirt, eingedampft und zur Krystallisation an einen kalten Platz gestellt. Die angeschossenen nadelförmigen Krystalle sammelt man auf einem Trichter und dampft die Lauge weiter ein.

Zu 2 Pf. Bernsteinsäure gebraucht man etwas mehr als 6 Pf. Aetzammoniakauflösung von einem spec. Gew. = 0,960, bei der Anwendung von kohlensaurem Salz $2\frac{1}{8}$ bis $2\frac{1}{4}$ Pf., und es werden zwischen $2\frac{7}{8}$ bis $3\frac{1}{16}$ Pf. bernsteinsaures Ammoniak in Krystallen erhalten.

Das bernsteinsaure Ammoniak krystallisirt in durchsichtigen vierseitigen Säulchen, welche einen scharfen, salzigen, bitterlich kühlenden Geschmack besitzen, luftbeständig sind, sich unzersetzt sublimiren lassen und sich leicht in Wasser auflösen; die Auflösung des krystallisirten Salzes reagirt sauer.

Das bernsteinsaure Ammoniak kann verunreinigt sein, zufällig oder absichtlich (im letzteren Falle, wenn der angewandten Bernsteinsäure betrügerischer Weise fremde, billigere Substanzen beigemischt worden waren) durch Schwefelsäure, Salzsäure, Weinsteinsäure, Citronensäure, Boraxsäure, Kali, Kleesäure, Salpetersäure.

Schwefelwasserstoff-Ammoniak.

$NH_4 + S + xHO.$

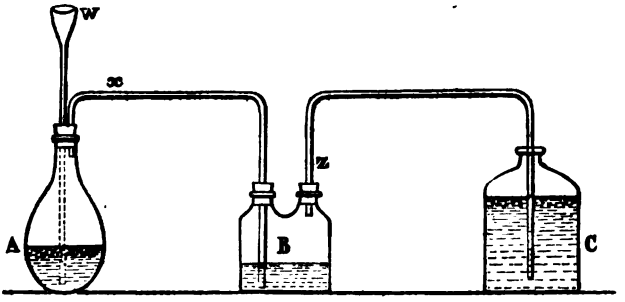
(Hydrothionsaures Ammoniak, Flüssiges Schwefelammonium; Ammonium sulphuratum liquidum, Liquor ammonii hydrosulphurati; Hydrosulfate d'ammoniaque; Hydrosulphate of ammonia, Solution of bihydrosulphate of ammonia, Protosulphide of ammonium.)

Man verbindet ein Gasentwicklungsgefäss durch zweischenklige Glasröhren mit zwei Flaschen; in die erste wird etwas Wasser

Digitized by Google

zum Waschen des Gases gegeben, die andere dient zur Aufnahme von Aetzammoniaksolution.

Fig. 28.



In den Kolben A gibt man 2 bis 3 Unzen Wasser und 1 Pf. gröblich zerstossenes Schwefeleisen, steckt durch das eine Loch eines mit 2 Bohrungen versehenen Korkes den Trichter w welcher etwa 1½″ über dem Boden mündet, und verbindet den Kolben durch die Röhre x mit der Flasche B, in welcher man einige Unzen Wasser vorschlägt, um das entwickelte Gas zu waschen; durch die zweite Oeffnung der Waschflasche wird die Flasche C mittelst der Röhre z verbunden, deren längerer Schenkel bis fast auf den Boden der letzten Flasche reicht. Sämmtliche Flaschenmündungen werden mit gutpassenden Körken verschlossen, ausser der der Flasche C, in welche man 4 Pf. Aetzammoniakauflösung = 0,960 spec. Gew. bringt, und die mit einer durchbohrten Glasscheibe, um das Glasrohr durchgehen zu lassen, bedeckt wird. Nachdem der Apparat dergestalt zusammengesetzt ist, verdichtet man die Verschlüsse der Gefässe A und B zur Sicherheit noch, um nicht unnütz Gas zu verlieren, mit einem steifen Mehlkitt, dem man etwas gebrannten Gyps zugesetzt hatte, und giesst nun durch den Sperrtrichter w 5 Pf. verdünnter Schwefelsäure (aus 1 Theil concentrirter und 5 Th. Wasser gemischt) auf das Einfach-Schwefeleisen. Die Gasentwicklung befördert man durch mässige Wärme, und wenn nach einiger Zeit das Glucken nachlässt, gibt man 2 Pf. der verdünnten Säure durch den Trichter nach; es ist nöthig, die letzte Flasche C durch Eis, Schnee oder kaltes Wasser abzukühlen. Sobald keine Gasblasen mehr erscheinen, zieht man die Röhre z heraus, verschliesst die Flasche C sorgfältig und stellt sie für einige Tage bei Seite. Sollten während

Digitized by Google

dieser Zeit schwarze Flocken sich abgelagert haben, dann muss die Flüssigkeit klar abgegossen werden; dieselben bestehen in Schwefeleisen, welches möglicherweise durch Zersetzung eines vorher erzeugten Eisenwasserstoffgases auf's Neue gebildet wurde. Es werden von den angewandten Materialien $4\frac{3}{8}$ Pf. Schwefelwasserstoff-Ammoniak erhalten.

Man thut am besten, dieses Präparat in kleine Stöpselflaschen von 2 bis 4 Unzen Inhalt zu vertheilen, dieselben mit einem steifen Gemisch von Wachs und Colophonium zu überziehen, mit Blase zu verbinden und, bis zum Versenden, umgestülpt im Keller aufzubewahren.

Das hydrothionsaure Ammoniak bildet, frischbereitet, eine farblose Flüssigkeit, welche aber in Berührung mit der Luft sich gelblich färbt, hepatisch und zugleich auch ammoniakalisch riecht und schmeckt. Mit verdünnter Salzsäure oder Schwefelsäure muss dieselbe reichlich Schwefelwasserstoff ausgeben, ohne Schwefel zu präcipitiren, und eine Auflösung von reiner schwefelsaurer Magnesia darf nicht im Mindesten dadurch getrübt werden; erfolgt im letztern Falle eine Trübung, so enthält das Präparat freies Ammoniak.

Schwefelwasserstoffsaures Schwefelammoniak.

$$NH_4 + S_5 + xHO.$$

(Beguin's flüchtiger Schwefelgeist, Boyle's rauchende Flüssigkeit, flüchtige Schwefelleber; Liquor ammonii sulphurati, Spiritus sulphuris volatilis Beguini, Liquor fumans Boylii, Hepar sulphuris volatile; Hydrosulfuré d'ammoniaque, Liqueur fumante de Boyle; Hydrosulphuret of ammonia, Boyle's fuming liquid, Persulphide of ammonium.)

Um dieses Präparat zu bereiten, werden 3 Pf. frichgebrannter Kalk mit nur so viel Wasser besprengt, dass derselbe zu Staub zerfällt; nachdem dieses zarte Pulver sich vollkommen abgekühlt hat, werden 2 Pfund trockenes Salmiakpulver und 1 Pf. feingepulverter arsenfreier Schwefel (Schwefelblumen) mit demselben vermengt und in eine Tubulatretorte gegeben, welche höchstens bis zu $\frac{2}{3}$ ihres Inhalts damit angefüllt werden darf. In Ermangelung einer solchen, kann auch eine einfache Retorte genommen

Digitized by Google

werden, nur muss man sich hüten, dass beim Eintragen des Pulvers nichts davon im Halse oder in der Wölbung derselben hängen bleibt; diess wird dadurch am einfachsten erzielt, dass man das Gemisch durch einen bis fast auf den Boden der Retorte reichenden Papiercylinder laufen lässt. Die Retorte wird nun möglichst schnell in eine Sandkapelle gelegt, bis an den Hals mit Sand umfüllt, und eben so schnell ein tubulirter Kolben vorgeschoben, in welchen man bereits 2 Pf. destillirtes Wasser abgewogen hatte. In den Tubulus der Vorlage wird durch einen durchbohrten Korkstöpsel ein zweischenkeliges Glasrohr gesteckt, dessen längeren Schenkel man in eine kleine Flasche leitet. Nachdem alle Fugen mit gypshaltigem Mehlkitt lutirt und, zur Vorsicht, noch mit Blase verbunden worden sind, füllt man das Fläschchen mit nur so viel Wasser an, dass das Glasrohr eben in dasselbe mündet. Zu bemerken ist noch, dass der Retortenhals in das im Kolben vorgeschlagene Wasser untertauchen muss.

Man gibt nun Feuer und destillirt so lange, bis beim Glühen der Kapelle nichts mehr übergeht, sich keine gelben Tropfen in dem Halse der Retorte mehr ansammeln und abfliessen. Das Feuer wird alsdann vom Rostheerde entfernt, und die kleine Flasche, in welcher etwas Wasser vorgeschlagen, etwas tiefer gestellt, um die Verbindung zwischen ihr und der Vorlage aufzuheben. Nach einigen Stunden wird der Kolben abgenommen und von seinem Inhalte entleert; die Ausbeute beträgt von $3\frac{1}{4}$ bis höchstens $3\frac{1}{2}$ Pfund.

Die dunkelorangegelbe Flüssigkeit ist von mehr oder weniger ölartiger Consistenz, und besitzt einen starken Geruch nach Schwefelwasserstoff-Ammoniak. Auf einem Uhrglase erhitzt, muss sich dieses Präparat vollkommen verflüchtigen. Verdünnte Schwefelsäure entwickelt aus dem schwefelwasserstoffsauren Schwefel-Ammoniak reichlich Schwefelwasserstoffgas, wobei eine grosse Menge Schwefel niedergeschlagen wird; und da es durch Zutritt der Luft sich leicht zersetzt und Schwefel fallen lässt, muss es in kleinen, mit gut eingetriebenen Stöpseln versehenen Flaschen aufbewahrt werden, die man ausserdem noch verkittet und mit Blase verbindet.

Digitized by Google

Blausäure.

HCy + xHO, oder HC_2N + xHO.

(Cyanwasserstoffsäure, Hydrocyansäure, Berlinerblausäure; Acidum hydrocyanicum, A. borussicum, A. zooticum; Acide hydrocyanique, A. prussique; Hydrocyanic acid, Prussic acid.)

Blausäure ist von mir in sehr grossen Mengen bereitet worden, weniger für den medicinischen Gebrauch (als Handelsartikel) als vielmehr zur Darstellung des Cyanquecksilbers. Es wurden sowohl gläserne Kolben mit tubulirten Helmen, als auch Tubulatretorten, als Destillirgeschirre benutzt. Die ersteren sind den letzteren vorzuziehen, weil sie sich leichter von den Rückständen reinigen lsssen und, da die Mischung gegen das Ende der Destillation spritzt, gar leicht etwas davon in den Hals der Retorte gelangen und das Destillat verunreinigen kann, was bei einem hohen Kolben nicht leicht möglich ist.

In einen langhalsigen Kolben gibt man 2 Pf. feinzerriebenes Cyaneisenkalium (gelbes Blutlaugensalz), setzt denselben in eine Sandkapelle, schlägt um den Hals herum, etwas unterhalb dessen Mündung, mit Mehlkleister bestrichene Papierstreifen, passt den tubulirten Helm gut auf, verbindet dessen Schnabel durch einen durchbohrten Korkstöpsel mit der Vorlage, in welche man 1 Pf. Alkohol zu 80 % abgewogen hatte, und verbindet die Fugen mit Blase luftdicht. Die Vorlage ruhet in einem Tubben, mit Hahn am Boden, und es ist die Vorrichtung getroffen, dass während der Destillation stets kaltes Wasser aus einem höher stehenden hölzernen Gefässe auf den Kolben in einem dünnern oder stärkern Strahle auf die Vorlage, und unten wieder abfliessen kann. Ist der Apparat so weit zusammengesetzt, dann wird mittelst eines langhalsigen Glastrichters ein vollkommen erkaltetes Gemisch aus 1½ Pf. concentrirter Schwefelsäure und 4 Pf. 80 proc. Alkohols durch den Tubus des Helms in den Kolben gegossen. Man setzt sogleich den Glasstöpsel auf, überbindet denselben mit Blase, und wenn dieselbe, so wie das übrige Klebwerk etwas angetrocknet ist, destillirt man bei gelindem Feuer so lange, bis der Gesammtinhalt der Vorlage 4 Pf. beträgt, deren Raum vorher auf der Vorlage bemerkt worden war. Alsdann wird die Vorlage abgenommen, mit einer Glasstulpe bedeckt und sogleich eine bereit

Digitized by Google

gehaltene andere vorgeschoben, in welche man einige Unzen Alkohol gegeben hatte; das Feuer lässt man ausgehen.

Die in der Vorlage befindliche Blausäure wird in der freien Luft, wenn's das Wetter zulässt, oder in einem geräumigen Locale, in ¼ Pf. fassende, schwarzangestrichene, oder in Hyalith-Flaschen mit Glasstöpseln gegeben, oder, soll sie zur Bereitung des Cyanquecksilbers dienen, mit rothem Quecksilberoxyd in Berührung gebracht.

Nach dem Abkühlen wird der Apparat auseinander genommen und die noch erhaltene schwache Blausäure, wenn nicht schwefelsäurehaltig, ebenfalls mit auf das rothe Quecksilberoxyd gegossen.

Die Blausäure ist eine farblose Flüssigkeit, von sehr starkem Geruche nach bitteren Mandeln, von kühlendem und stechendem Geschmacke, welcher längere Zeit ein kratzendes Gefühl im Schlunde hinterlässt, und. mit grösseren Mengen operirend, ein eigenthümliches Kopfweh verursacht und eine Steifheit am Hintertheile des Halses hervorbringt, welche oft mehrere Tage anhält; sie ist sehr giftig, wohl das heftigste aller bis jetzt bekannten Gifte. Sie zersetzt sich leicht, besonders beim Zutritte der Luft, des Lichtes und der Wärme, wird dadurch röthlichbraun gefärbt und braune Flocken scheiden sich ab. Die Blausäure kann verunreinigt sein: durch Schwefelsäure, Salzsäure, Ameisensäure, Cyaneisen und Kali. Sie darf, im Uhrgläschen verdunstet, keinen Rückstand hinterlassen.

Um den Gehalt an wasserfreier Blausäure zu erfahren, habe ich in früherer Zeit eine bestimmte Menge der verdünnten Säure mit Aetzammoniak gesättigt, dieser Solution so lange eine Auflösung des schwefelsauren Eisenoxyduls, welche einige Stunden der Luft ausgesetzt gewesen war, hinzugesetzt, als noch ein blauer Niederschlag entsteht, und dann etwas Salzsäure. Aus dem wohlausgesüssten und bei 100° C. getrocknetem Niederschlage wurde der Blausäuregehalt (100 Berlinerblau = 34 proc. Blausäure) berechnet. Da diese Methode eine sehr mangelhafte ist, wurde später die von Ure ausgemittelte stets befolgt, nämlich die Anwendung des rothen Quecksilberoxydes.

Man wiegt genau 50 Gran feingepulvertes (präparirtes) Quecksilberoxyd ab. In ein Gläschen, mit Glasstöpsel versehen, gebe man 100 Gran der zu prüfenden Blausäure und 200 Gran Wasser, und setze nun von dem Quecksilberoxyde in ganz kleinen Antheilen unter fleissigem Umschütteln, so lange hinzu, als solches

Digitized by Google

aufgelöst wird. Die Auflösung findet, so lange noch freie Blausäure in der Flüssigkeit ist, jedesmal sehr schnell statt. Wenn man nun das übrig gebliebene Quecksilberoxyd wieder wiegt, kann man erfahren, wie viel zur Bildung des Cyanquecksilbers von dem Oxyde sich aufgelöst hat. Der Gehalt an wasserfreier *(anhydrous)* Blausäure in der geprüften Flüssigkeit ist nämlich gleich dem 4. Theile des verbrauchten rothen Quecksilberoxydes. Wenn sich also in 100 Gran der geprüften Blausäure 12 Gran rothes Quecksilberoxyd auflösen, so enthält solche 3 Gran wasserfreie Blausäure.

Pikrinsäure.

$$C_{12}H_2N_3O_{13} + HO.$$

(Bittersäure, Pikrinsalpetersäure, Welter's Bitter, Kohlenstickstoffsäure; Acidum amarum, A. nitroxanthicum, A. carbazoticum; Acide carbazotique, Amer de Welter; Carbazotic, or Picric, or Nitropicric, or Nitrophenisic acid, Welter's bitter.)

Acht Pfund reiner Salpetersäure von 1,225 sp. G. wurden in einen grossen Glaskloben mit ziemlich weit abgesprengtem Halse gegeben, und dann 8 Unzen geriebener Indigo, in kleinen Mengen, nach und nach eingetragen, während welcher Zeit fleissig umgeschüttelt wurde. Sobald das Aufschäumen und die Entwickelung bräunlicher Dämpfe so ziemlich nachgelassen, setzte man den Kolben auf den Wärmezug neben dem Sandbade, erhitzte bis zum Kochen, fügte, als keine gelben Dämpfe mehr entwichen, auf's neue Salpetersäure hinzu, und fuhr mit dem Kochen und Zugiessen der Säure fort, bis nach einem neuen Zusatze keine gelben Dämpfe mehr erschienen; es wurden hiezu noch $3\frac{1}{8}$ Pf. Salpetersäure von derselben Dichtigkeit verbraucht. Hierauf dampfte man die gelbgefärbte trübe Flüssigkeit in einer porcellanenen Schaale ziemlich weit ein, um die beigemischte Salpetersäure grösstentheils zu entfernen, goss 8 Pf. siedendheisses Wasser hinzu, filtrirte die Auflösung von dem ausgeschiedenen Harze und beförderte sie zur Krystallisation. Die Krystalle wurden nochmals umkrystallisirt und nun in goldgelben glänzenden Blättchen erhalten.

Digitized by Google

Die letzten Mutterlaugen und das in der ersten Abdampfung ausgeschiedene Harz wurden zusammengegeben, mit kohlensaurem Kali neutralisirt, erhitzt, filtrirt, und zur Krystallisation bei Seite gestellt. Sämmtliche Krystalle des pikrinsauren Kalis wurden wiederum in Wasser gelöst und durch Salzsäure zersetzt. Man erhielt hier so wenig Säure, dass, wenn man nicht zugleich auch irgend ein pikrinsaures Salz zu bereiten hat, es der Mühe und Kosten unwerth ist, Harz und Mutterlauge für die Gewinnung ihrer Säureantheile weiter zu verarbeiten.

Aus 8 Unzen guten Indigo's habe ich niemals mehr als 1 Unze und $7\frac{1}{2}$ Drachme, und nie weniger als $1\frac{1}{2}$ Unze Säure erhalten. Sie bildet gelbe, sehr glänzende Blättchen, schmeckt sehr bitter, röthet Lakmuspapier sehr stark, schmilzt, verdampft und sublimirt ohne Zersetzung; sie löst sich in heissem Wasser leichter als in kaltem, und ist auch in Weingeist und Aether auflöslich. Sie schlägt die Leimauflösung nieder, und ist ein Reagens auf Kali. Sie kann Salpetersäure und Harz enthalten; im letztern Falle löst sie sich nicht klar in Wasser auf.

Das pikrinsaure Kali anlangend, so krystallisirt dasselbe aus einer concentrirten Auflösung in pomerenzengelben, und aus einer diluirten in glänzenden rubinfarbigen Nadeln. Es ist sehr luftbeständig; ich besitze in meiner Sammlung Pröbchen von beiden Arten seit 1831, welche noch so schön sind, als ob sie eben vom Trocknen-Trichter genommen worden wären.

Niedergeschlagener Schwefel.

S + xHS.

(Schwefelniederschlag, Schwefelmilch; Sulphur praecipitatum, Lac sulphuris; Soufre précipité, Lait de soufre, Magistére de soufre; Precipitated sulphur, Milk of sulphur.)

Schwefelmilch wurde von mir, sowohl durch Zersetzung von Schwefelkaliumlauge mittelst Schwefelsäure, als auch aus Schwefelcalcium mittelst Salzsäure dargestellt; doch verdient

Digitized by Google

letztere Methode, ihrer grösseren Billigkeit halber den Vorzug, wesshalb ich in späterer Zeit nur diese befolgt habe.

In einem gusseisernen Kessel, welcher etwa 30 Eimer (316 bis 330 Quart) Wasser fasst, werden 80 Pf. gebrannter Kalk mit Wasser zum dünnen Brei gelöscht und darauf 118 Pf. gemahlener Schwefel mit einem hölzernen Spatel untergerührt. Alsdann gibt man Feuer, lässt noch 17 bis 18 Eimer Wasser (206 bis 216 Quart) in den Kessel laufen und kocht unter beständigem Umrühren, wobei ein Aufbrausen und Steigen der Flüssigkeit Statt findet, bis die Flüssigkeit eine dunkelgelbe Farbe erhalten hat, worauf man das Kochen noch ½ Stunde lang fortsetzt. Man zieht das Feuer weg und lässt das Unaufgelöste sich ablagern. Nach vollkommenem Abklären zieht man die Flüssigkeit ab, und gibt sie in einen zur Hand stehenden Bottich. Hierauf wird der Kessel angefeuert, in denselben etwa 20 Eimer Wasser gelassen und unter stetem Umrühren bis fast zum Aufkochen erhitzt. Man lässt die Flüssigkeit sich abermals abklären und gibt dieselbe dann der ersteren in dem Bottich enthaltenen bei. Nach völligem Erkalten wird die Lauge durch einen leinenen Spitzbeutel filtrirt, in drei bis vier Präcipitirfässer vertheilt, und in jedes noch 10 bis 13 Eimer Wasser gegeben. Hierauf hält ein Arbeiter die Flüssigkeit mit einem rechtwinckligen Rührholz in steter Bewegung, während ein anderer von einer bis zu 7° bis 9° (= 1,050 bis 1,066 sp. Gew.) verdünnten, schwefelsäurefreien Salzsäure in kleinen Mengen so lange zusetzt, bis kein Brausen mehr entsteht und eine saure Reaction eingetreten ist.

Die Präcipitirfässer enthalten ein jedes drei bis vier in einiger Entfernung übereinander stehende Hähne; sobald sich der Schwefel ziemlich gelagert, werden die Flüssigkeiten so schnell und so weit als möglich abgelassen, dann mit Wasser angefüllt, gut umgerührt und zum abermaligen Ablagern ruhig stehen gelassen. Wenn sich die Niederschläge wiederum gesenkt, wird die Flüssigkeit abermals entfernt, auf's neue frisches Wasser zugegeben und dies so lange wiederholt, bis die Flüssigkeiten nicht sauer mehr reagiren, worauf man die Niederschläge auf leinenen Spitzbeuteln sammelt. Ist die Flüssigkeit vollkommen abgelaufen, was man durch Anklopfen an die Beutel zu unterstützen sucht, dann werden die Niederschläge in 2 bis 3 Fässer vertheilt, und von nun ab nur mit destillirtem Wasser behandelt, was man so lange fortsetzt, bis in den abfiltrirten Flüssigkeiten auf Zusatz

Digitized by Google

einer Auflösung von oxalsaurem Ammoniak keine Trübung mehr hervorgebracht wird. Hierauf sammelt man die Niederschläge auf Spitzbeuteln, deren jeden einzelnen man bis höchstens zur Hälfte damit füllt, um, wenn das Wasser abgelaufen und abgetröpfelt ist, man den Hinterhalt desselben durch Drücken und Pressen möglichst zu entfernen sucht. Man bringt dann die Niederschläge in nicht zu grossen Klumpen auf mit Papier belegte Horden und trocknet die Schwefelmilch in gelinder Wärme in der Trockenkammer, oder auf einem luftigen Boden. Sobald die Klumpen auf der Aussenseite ziemlich abgetrocknet sind, thut man wohl, dieselben durch Zerdrücken mit einem hölzernen Spatel zu zerkleinern. Nach dem vollkommenen Austrocknen wird der präcipitirte Schwefel durch ein Haarsieb gerieben.

Ich habe zum Oeftern die Beobachtung gemacht, dass die Schwefelmilch, während ihres Austrocknens an der Luft, sich ansäuert, und meine darüber gemachten Erfahrungen öffentlich bekannt gemacht. [1])

Von 80 Pf. Aetzkalk, 118 Pf. gemahlenem Schwefel und 125 Pf. Salzsäure zu 1,155 spec. G. wurden 76 Pf. getrocknete Schwefelmilch erhalten.

Der präcipitirte Schwefel bildet ein zartes, gelblich weisses, etwas in's Grauliche ziehendes Pulver. In gelinder Hitze schmilzt er, entwickelt ein wenig Schwefelwasserstoffgas, verhält sich im Uebrigen aber wie der gewöhnliche Schwefel. Der Schwefelniederschlag ist zu prüfen auf: freie Schwefelsäure und freie Salzsäure, auf Chlorcalcium, Gyps, Magnesia, Thonerde, Kieselerde, Eisen und Arsen, und kann verfälscht sein mit Mehl, Stärke oder Gyps, wie letzterer Betrug mir selbst vorgekommen ist. [2])

---

[1]) Buchners Repertorium für die Pharmacie 1835. Bd. 55, S. 223 und Wittstein's Vierteljahresschrift für praktische Pharmacie 1856. Bd. 5, S. 47.

[2]) Wittstein's Vierteljahresschrift 1856. Bd. 5, S. 46.

Digitized by Google

Schweflige Säure.

$SO_2 + xHO$.

(Flüchtiger Schwefelgeist; Acidum sulphurosum, Spiritus sulphuris per campanam; Acide sulfureux; Sulphurous acid.)

Diese Säure habe ich sehr oft bei Bereitung des schwefelsauren Quecksilbers in einem Ofen mit vier Kapellen, welche durch Ein Feuer geheizt wurden, als Nebenprodukt erhalten. Jeder Retorte wird ein Kolben vorgeschoben, in welchem man etwas Wasser vorschlägt; an einer Stelle im Bauche desselben ist ein Loch eingebohrt, welches beim Zusammenstellen des Apparates nach Oben gerichtet ist. In dieses Loch wird ein zweischenkliges Glasrohr eingekittet, welches den Kolben mit einer grossen Vorlage (Säureballon) verbindet, in die man eine abgemessene Menge destillirtes Wasser giesst, zur Absorption des erzeugten schwefligsauren Gases. Eine jede Retorte wurde mit 24 Pf. Quecksilber und 30 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. beschickt, und man erhielt von den verwendeten 120 Pf. Schwefelsäure 550 Pf. schwefliger Säure zu 5° B. oder zu 1,035 sp. G., welche sich durch die damit angestellten Versuche als rein erwies. Der Inhalt der Vorlagen enthielt etwas Schwefelsäure und Spuren von Quecksilber, welches mechanisch mit überrissen worden war.

Die Bereitung aus Kohle und Schwefelsäure anlangend, so setze ich einen grossen Kolben ins Sandbad, und gebe in denselben 7 Pf. frisch geglühtes Holzkohlenklein und 36 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. Auf die Mündung des Kolbens lege ich eine aus dickem gewalztem Blei geschnitzte Platte, in deren Mitte ein rundes Loch angebracht ist, in welches der kurze Schenkel eines zweischenkligen Glasrohres (oder ein Bleirohr) genau einpasst; der längere Schenkel wird durch die eine Oeffnung einer zweihalsigen Flasche, in welcher etwas Wasser vorgeschlagen, bis beinahe auf deren Boden geleitet. In den andern Hals lässt man ein zweites gläsernes oder bleiernes Rohr einmünden, und leitet dessen längeren Schenkel gleichfalls durch eine runde mit 2 Löchern versehene Bleiplatte in einen Säureballon, in welchen man 50 bis 60 Quart (=100 bis 120 Pf.) destillirtes Wasser gegeben; in das andere Loch wird ein anderes Rohr eingepasst und durch das Loch einer dritten Bleiplatte in einen andern Ballon geführt, in welchem 18 bis 28 Qt. (= 36 bis 56 Pf.) destillirtes Wasser

Digitized by Google

vorgeschlagen sind. Die Platte auf dieser letzten Flasche dient als Anlehnpunkt für die Röhre und bindet man besser dicht über der Platte etwas dicken Bindfaden um die Röhre; die erstere ist zugleich ein loser Verschluss für die Oeffnung der Vorlage. Dieselbe wird während der Operation nicht verdichtet, die anderen Oeffnungen und Fugen aber werden mit zähem gypshaltigem Mehlkitt lutirt, und allenfalls noch mit Blase oder Packleinwand überbunden.

Man gibt, nachdem das Klebwerk etwas angetrocknet, Feuer, und unterhält dasselbe so lange, als sich noch Gas entwickelt. Nach Beendigung der Operation wird die Röhre aus dem Entwickelungsgefässe hervorgezogen, die Oeffnung in der Bleiplatte lose bedeckt und das Feuer vom Rostherde entfernt. Die Flüssigkeit in der Waschflasche enthält etwas Schwefelsäure und auch wohl etwas feinzertheilte Kohle; die Inhalte der beiden Ballons bestehen aus schwefliger Säure von verschiedener Dichtigkeit, und gemischt beträgt die Ausbeute derselben von 174 bis 176 Pf. von einem spec. Gew. = 1,030 bis 1,031.

Die wässrige schweflige Säure, welche in gut verschlossenen Gefässen, vor Luftzutritt geschützt, aufbewahrt werden muss, besitzt den Geruch des brennenden Schwefels; Lakmuspapier wird davon gebleicht. Nach längerem Aufbewahren bildet sich in derselben Schwefelsäure.

Schwefelsäure.

$2\,SO_3 + 3\,HO$; oder $(SO_3 + HO) + (SO_3 + 2\,HO)$.

(Vitriolsäure, Vitriolöl, Schwefelöl; Acidum sulphuricum, Acidum vitrioli, Oleum vitrioli, Oleum sulphuris; Acide sulfurique, Huile de vitriol; Sulphuric acid, Oil of vitriol.)

Dass zur Erzeugung der Schwefelsäure schwefligsaures Gas, salpetrigsaurer Dampf oder Salpetersäure, Sauerstoff (atmosphärische Luft) und Wasser erforderlich sind, ist so bekannt, dass es — nach dem gegenwärtigen chemischen Wissen — unnöthig erscheint, deren gegenseitige Einwirkungen hier zu definiren; man findet

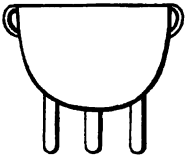
Digitized by Google

in chemischen Lehrbüchern die Erklärung des dabei stattfindenden Prozesses sehr ausführlich beschrieben.

Die beiden ersteren Materialien sind verschiedentlich dargestellt worden; man hat Gemenge von Schwefel und Salpeter angezündet und verbrannt; man desoxydirte Salpetersäure durch Melasse *(Molasses)* — wobei Oxalsäure als Nebenprodukt erhalten wurde — und leitete die erzeugten salpetrigsauren Dämpfe in die Kammern. Auch entwickelte man Dämpfe von Untersalpetersäure aus Salpeter, den man mit Schwefelsäure in, im Schwefel-Verbrennungsofen stehenden, dreifüssigen eisernen Töpfen übergoss.

Man hatte eine grosse Bleikammer *(lead-chamber)* von 60′ Länge, 21′ Weite und 15′ Höhe, mit welcher eine kleinere, 9 bis 10″ tiefer gelegene, kanalförmig an derselben entlang laufend, durch 5″ weite bleierne Röhren verbunden war; dieselbe war 47′ lang, 12″ hoch und 12″ weit. Oder man hatte eine Kammer 60′ lang, 24′ weit und 15′ hoch aufgeführt, welche ebenfalls mit einer kleineren durch 8″ weite Bleiröhren in Verbindung stand und in der Länge neben der grossen aufgestellt war, und der man eine Länge von 56′, eine Weite von 5′ und eine Höhe von 2′ gegeben hatte. Die eiserne Platte im Verbrennungsofen war hier mit Backsteinen belegt, dort nicht; die bleierne Trommel, welche den Ofen mit der grossen Kammer verbindet, hatte eine Länge von 4′, einen Durchmesser von $2\frac{1}{2}$ Fuss und eine Stärke von $\frac{1}{2}$″.

Fig. 26.



Die dreibeinigen gusseisernen Töpfe sind oben 8″ weit und 6″ im Mittelpunkte tief, die Beine $2\frac{1}{2}$″ lang und $\frac{3}{4}$ bis $\frac{7}{8}$″ stark; die Stärke des Eisens im Topfe beträgt oben gut $\frac{3}{16}$ bis $\frac{1}{4}$″.

In den Oefen wurden alle $1\frac{3}{4}$ bis 2 Stunden 18 Pf. Schwefel verbrannt und dafür in dem eisernen Topfe, für jeden Schwefelsatz, die Salpetersäure von $1\frac{1}{2}$ Pf. Natronsalpeter durch $2\frac{1}{8}$ Pf. Schwefelsäure von 40 bis 41° B. entwickelt.

Man erhielt bei Anwendung

von 70,000 Pf. Schwefel (von Sicilien),
5,618 Pf. Chilisalpeter,
7,932 Pf. Schwefelsäure zu 40° B.,
148,000 Pf. erdige Braunkohle,
7 Malter dicke Eichenholzspäne (Abfall von Zimmerholz),
16 Malter Eichen-Scheit- und Knüppelholz,

178,110 Pf. Schwefelsäure zu 60° (= etwa 153,822 Pf. zu 66° B.).

Digitized by Google

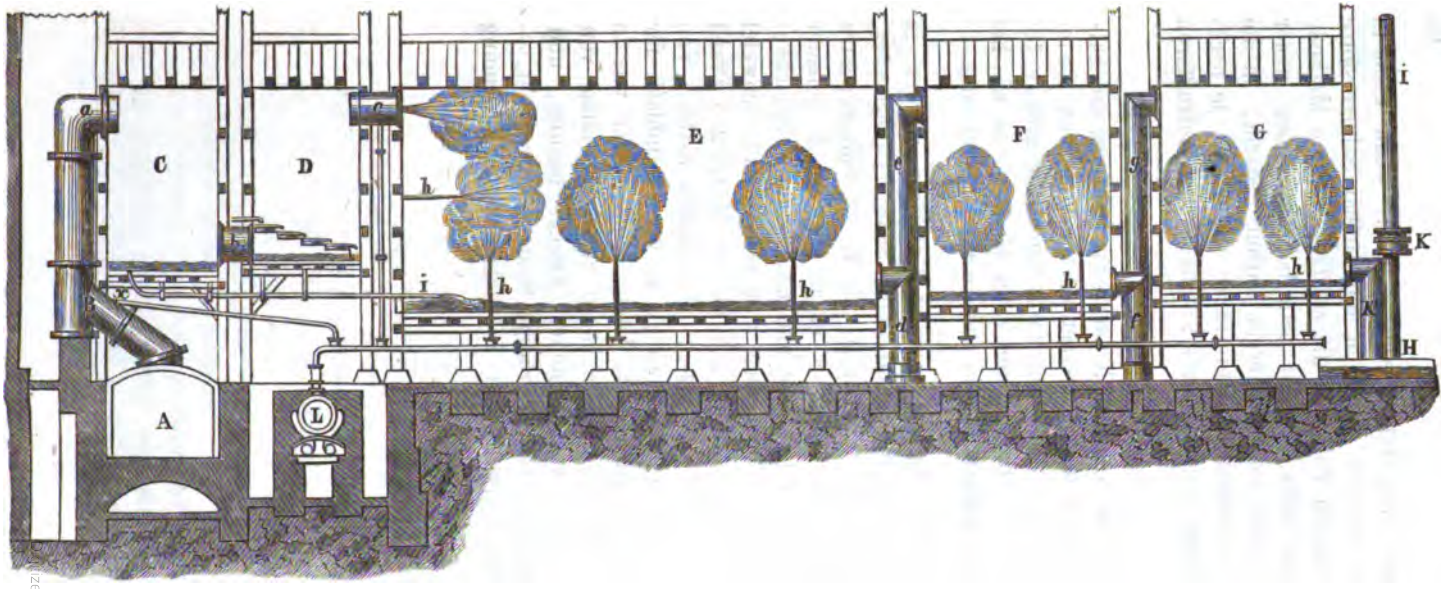
Seit einer Reihe von Jahren wendet man, wenn nicht in allen, doch in den meisten Fabriken unmittelbar Salpetersäure an, und, wenn in einigen Fabriken die zuletzt erwähnte Methode noch beibehalten sein sollte, so ist man bei Aufstellung neuer Kammern doch bestimmt von vornherein darauf bedacht, in die zweite oder dritte Kammer Salpetersäure einzulassen, je nachdem man ein kleineres oder grösseres Kammersystem aufzuführen beabsichtigt.

Bei einer Reihe von sieben Kammern habe ich die Salpetersäure in die dritte und, bei einer solchen von vier Kammern, bestehend aus drei grösseren (von denen die grösste 76′ lang, 24′ breit und 20′ hoch war) und einer kleinen, so wie bei einer Reihe von fünf Kammern in die zweite eingelassen.

Bei Benutzung jenes Systems von 4 Kammern wurden in 24 Stunden zwischen 1,200 bis 1,300 Pfund Schwefel verbrannt, wozu man für je 100 Pf. zwischen $9\frac{1}{4}$ bis 10 Pf. Salpetersäure zu 35° bis 36° verbrauchte; und es ergab sich nach genauer viertel- und halbjährlicher Controle und nach einer vergleichenden Aufstellung von drei Jahren, dass man von 100 Pf. Schwefel niemals mehr als zwischen 259 bis 288 Pf., im Mittel 275 Pfund conc. Schwefelsäure zu 66° = 1,84 sp. G. erhalten hatte. Von den gewonnenen Mengen waren etwa $\frac{9}{10}$ in der Platinblase für den Handel concentrirt worden, das letzte Zehntel aber war in der Fabrik als 60- und 62 grädige Säure zur Darstellung von Salpeter- und Salzsäure und für andere Zwecke benutzt, und wurde in der Calculation für 66grädige Säure mitberechnet. — Ein System mit fünf Kammern ist in nachstehender Zeichnung versinnlicht.

Digitized by Google

Fig. 30.



Digitized by Google

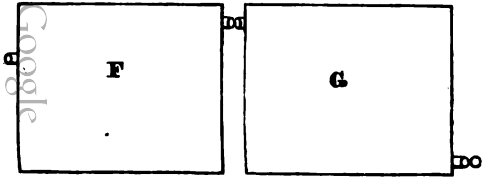
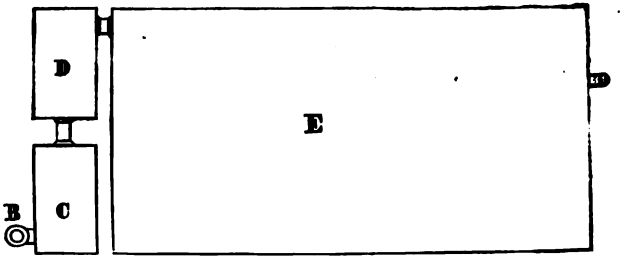


Fig. 31.



A ist der Verbrennungsofen, B das Rohr, welches das schwefligsaure Gas nach der ersten Bleikammer C führt, D ist die Kammer, in welche die Salpetersäure eingelassen wird, E die grosse Kammer, F und G sind die 4. und 5. Kammer, H der Kühlapparat, I das Abzugsrohr, K der Zugregulator und L der Dampfkessel.

Der Ofen A ist aus gusseisernen Platten zusammengesetzt, etwas gewölbt, im Mittelpunkte 6′ hoch, und kann durch kalte Luft, welche zwischen ihm und einer verankerten Umfassungswand cirkulirt, abgekühlt werden; derselbe hat 94½ bis 99 Quadratfuss, d. i. $10\frac{1}{2} \times 9'$ oder $11 \times 9'$, Bodenfläche und an der Vorderseite drei Oeffnungen zum Eintragen des Schwefels, welche 15″ weit und 12″ hoch sind und durch Schieber, die man aufziehen und niederlassen kann, oder durch Thüren geöffnet oder verschlossen werden. Ein und ein viertel Zoll über der Bodenfläche befindet sich zum Hineinströmen von Luft ein $\frac{1}{4}$″ hoher Schlitz in der ganzen Vorderwand des Ofens entlang, welcher durch Schieber mehr oder weniger geschlossen werden kann; die Dämpfer oder Thüren haben ebenfalls solche Schlitze oder, statt deren, Löcher, an denen man für denselben Zweck ähnliche Vorrichtungen getroffen hat. Von dem Ofen führt ein $3\frac{1}{6}$ bis $3\frac{1}{4}'$ weites gusseisernes Rohr B das schwefligsaure Gas nebst atmosphärischer Luft in die (— erste —) Kammer C, in welche dasselbe, einige Zoll unter der Decke, durch einen bleiernen Vorstoss (Fortsatz) a einmündet; dieses Rohr muss um Abkühlung und guten Zug zu bewirken, 23 bis 24′ lang sein, und um das Einströmen der Gase in die Kammer zu beschleunigen, leitet man dann und wann zugleich mit ihnen Wasserdampf bei x in das Rohr ein.

Die erste	Kammer,	C,	ist	13′	weit,	17′	lang	u. 15′	hoch =	3,315 K.-F.,
Die zweite	„	D,	„	13′	„	17′	„	„ 14′	„ =	3,094 „
Die dritte	„	E,	„	37′	„	72′	„	„ 20′	„ =	53,280 „
Die vierte	„	F,	„	24′	„	30′	„	„ 19′	„ =	13,680 „
Die fünfte	„	G,	„	24′	„	30′	„	„ 18′	„ =	12,960 „

In der ersten Kammer treten die aus dem Ofen einströmenden Gase nur mit derjenigen Salpeter- und salpetrigen Säure in Berührung, welche in der verdünnten Schwefelsäure enthalten ist, die, deren Boden bedeckend, durch eine unter der Trommel oder dem weiten Rohre b eingesetzte einzöllige Bleiröhre aus der zweiten Kammer zurückfliesst.

Digitized by Google

In der zweiten Kammer D, welche um einen Fuss höher steht als die erste, sind irdene Schüsseln, oben von 18″ Durchmesser und $3\frac{1}{2}$″ tief, die eine über der anderen aufgestellt. Aus einem ausserhalb der Kammer auf einem Gerüste stehenden irdenem Topfe, mit eingeschrobenem oder eingeschmirgeltem und verkittetem irdenen oder gläsernen Hahn, wird die nöthige Salpetersäure durch ein gebogenes Glasrohr mit Trichter in die oberste Schüssel geleitet. Durch die 30″ weite bleierne Trommel b werden die Gase und Dämpfe aus der ersten Kammer in die Höhe der zweiten zugeführt.

Die dritte oder die grosse Kammer E steht tiefer als die übrigen, so dass die Säure sowohl aus der ersten als aus den hinteren Kammern in dieselbe abgelassen werden kann. Sie steht nahe der Decke mit der zweiten durch eine 30″ weite Trommel von Blei in Verbindung, und in dieselbe führen vom Boden aufsteigende und an den Seiten einmündende Röhren h h Wasserdampf ein. Sämmtliche Säure, welche in den beiden ersten Kammern gebildet ist, fliesst durch die Röhre i hinzu, und fällt $4\frac{3}{4}$ bis 5 Fuss hoch in dieselbe herab, um die in der grossen Kammer befindliche Säure in steter Bewegung, und dadurch in Wechselwirkung mit den Gasen zu erhalten.

Die nicht condensirten Gase und Dämpfe ziehen aus der grossen Kammer in die vierte F und dann in die fünfte G. — Die Verbindung derselben ist dergestalt, dass das nahe dem Boden einmündende 23″ weite Rohr d in einen bleiernen Sammelkasten herabführt, von wo ab dann das 30″ weite Rohr e bis zur Decke der vierten Kammer ansteigt und in dieselbe ausmündet; ebenso ist die Verbindung von F mit der fünften Kammer G durch die Röhren f und g, welche letzteren dieselben Dimensionen haben wie a und e. — Die Sammelkästen dienen dazu, die sich in den Röhren niederschlagende Säure zu sammeln und abzulassen; man gibt sie gemeiniglich in die vierte Kammer zurück. In die beiden letzten Kammern werden bei h h gleichfalls Wasserdämpfe eingeführt; es wird in denselben die Verdichtung der Schwefelsäure vollendet, und von Zeit zu Zeit die Flüssigkeit der fünften in die vierte und aus dieser in die grosse oder die dritte Kammer entleert.

Um so viel als möglich keine Schwefelsäure durch den Abzug des Stickstoffgases zu verlieren, führt man die Gase aus der fünften Kammer G durch das 23″ weite Rohr k dem Kühlapparate

Digitized by Google

H zu, einem bleiernen Kasten mit 2 Zungen, welche die Gase zwingen, zweimal hin und her über Wasser, welches den Boden des Kastens bedeckt, zu streichen, ehe sie zur Abzugsröhre gelangen; auf dem Deckel desselben steht eine Schicht kaltes Wasser.

Das Abzugsrohr I ist, 12 bis 13″ weit, bei K durch eine eingesetzte Trommel in zwei Stücke getheilt; sie enthält den Zugregulator, eine Scheibe mit 19 Oeffnungen, welche zusammen genommen eine Durchflussöffnung gewähren gleich dem Zugrohre selbst. Je nachdem der Zug vermindert oder vermehrt werden soll, schliesst oder öffnet man diese Löcher, wozu kleine bleierne Stöpsel dienen, die durch eine mit einer Thür verschliessbare Oeffnung in die Trommel eingebracht werden können.

Der Dampfkessel L muss gross genug und so eingerichtet sein, dass die Spannung des Dampfes zu mehreren Atmosphären gesteigert werden kann.

Jede Bleikammer besteht eigentlich aus zwei Theilen, der Pfanne und dem Einsatz. Die Pfanne ist 18 bis 20″ hoch und sammt dem Boden aus Bleiplatten, pr. Quadratfuss 8 bis 9 Pfund schwer, zusammengefügt, was durch Löthen mit Blei, mittelst des Richmont'schen Gaslöthrohrs (Oxyhydrogen - Löthrohr), ausgeführt wird; der Einsatz — die vier Wände mit der Decke — reicht inseits hart an den Seiten der Pfanne bis auf den Boden derselben herab und ist aus Platten, pr. Quadratfuss 6 bis 7 Pfund schwer, zusammengelöthet. Die Kammern werden in einem Balkengerüste aufgestellt, so dass man von allen Seiten bequem zu denselben gelangen kann, und ihre Wände und Decken sind durch ausserhalb angelöthete Tragebleche an die Querriegel des Gerüstes befestigt; die Böden der Kammern ruhen auf einer starken Bretterunterlage. Die Sohle der Kammern neigt man ein wenig gegen die Horizontale, um die gebildete Säure am tieferen Ende ablassen zu können.

Jede Kammer, ausser der zweiten, steht ausserhalb mit einem Messkasten von 15 bis 18″ Höhe, 12″ lang und 9 bis 10″ weit in Verbindung, um, weil der Stand der Säure in diesem mit dem in der Kammer gleich hoch ist, denselben nach Zollen messen und die Stärke der Flüssigkeit durch das Aräometer erfahren zu können. Man bringt in den längeren Wänden der Kammern an einigen Plätzen einander gegenüber auch Fensterscheiben an, um

Digitized by Google

hin und wieder die in denselben vorhergehenden Erscheinungen zu beobachten.

Aus der ersten und zweiten Kammer fliesst die Säure durch das Rohr i in die grosse Kammer ab. Will man in diese auch die Säure aus der vierten und fünften einlassen, dann legt man die dicht über dem Boden der fünften Kammer von Aussen eingesetzte bleierne Röhre, welche auch mit der vierten Kammer verbunden und etwa in der Mitte ihrer Länge etwas in die Höhe gerichtet ist, ganz nieder, um den Abfluss zu bewerkstelligen; und ebenso geschieht es mit der von der vierten nach der dritten Kammer führenden Röhre.

Ehe mit dem Verbrennen des Schwefels begonnen wird, bedeckt man den Boden einer jeden Kammer $\frac{3}{4}$ bis 1″ hoch mit, aus 60- oder 66grädiger mit Wasser zu 40 Grad gemischter Schwefelsäure und füllt eine jede der in der zweiten Kammer aufgestellten irdenen Schüsseln etwa zu $\frac{1}{8}$ mit 60grädiger Schwefelsäure an.

Nachdem nun sämmtliche Kammern in Ordnung und Alles so weit vorgerichtet ist, wird die Sohle des Ofens stark erhitzt und, sobald der Ofen heiss genug, nehmen die Schwefelbrände ihren Anfang. Man verbrennt jede Stunde 100 Pf. Schwefel, jedoch nur dann erst, wenn der Betrieb im Gange ist, worauf gemeiniglich einige Tage hingehen und, damit die sich erzeugende schweflige Säure beim Anfange früh genug mit Salpetersäure (salpetriger Säure, Stickstoffoxydgas) in Berührung komme, thut man wohl, für mehrere Tage in dem Ofen selbst, Salpetersäure zu entwickeln, wozu die oben beschriebenen dreibeinigen eisernen Töpfe gebraucht werden. Schwefelsäure zu 60 oder 66° B. wird mit Wasser zu 40° (= 1,387 sp. G.) gemischt. Von dieser diluirten Säure wiegt man $3\frac{1}{8}$ Pf. in eine Glasflasche ab und bemerkt, um des steten Abwägens überhoben zu sein, durch einen Feileinschnitt den Stand an der Flasche, bis wohin besagte Gewichtsmenge reicht. Sodann wiegt man $2\frac{3}{4}$ Pf. Natronsalpeter ab und, sollte derselbe in Klumpen zusammengeballt sein, werden sie mit dem Hammer zerklopft; diese Salpetermenge gibt man in einen kleinen hölzernen Kasten, welcher — gestrichen — genau damit angefüllt wird. Flasche und Kasten benutzt man alsdann als Gemässe für Säure und Salz.

Digitized by Google

Es werden darauf $33\frac{1}{3}$ Pf. Schwefel *(Sulphur, or Brimstone)* in einem hölzernen Kasten mit nur drei Seiten abgewogen, und diese Menge trägt man mittelst einer eisernen Schaufel in das Mittelloch des Ofens ein, gibt die $2\frac{3}{4}$ Pf. Salpeter in den dreibeinigen Topf, übergiesst mit $3\frac{1}{3}$ Pf. der 40grädigen Schwefelsäure und stellt den Topf mittelst einer grossen eisernen Zange so schnell als möglich, ebenfalls durch das mittlere Loch, in den Ofen; damit der Schwefel nicht auf einer Stelle liegen bleibe, wird er mit einem langen breiten Haken zum Theil nach hinten geschoben und überhaupt vertheilt. Man lässt gleich nach Ladung des Ofens bei x $\frac{1}{8}$ Dampf in das grosse eiserne Ofenrohr, so wie in die grosse oder dritte Kammer aus der mittleren Bodenröhre und einer der Seitenröhren, und in die vierte Kammer aus einer Bodenröhre gleichfalls $\frac{1}{8}$ Dampf eintreten. Während derselben Zeit, in welcher der Schwefel verbrennt, wird auch die Salpetersäure aus dem Gemisch im Topfe ausgetrieben sein; jedoch währt beides in der ersten Zeit meistens länger als 20 Minuten, oft $\frac{1}{2}$ Stunde und öfters länger. Genug, ist der erste Abbrand beinahe vollendet, dann besetzt man den Ofen mit denselben Mengen von Schwefel, Salpeter und Säure, und auch auf dieselbe Weise und zwar dann durch das Loch zur rechten Seite. Ist auch hier die Operation fast beendet, so beschickt man auf gleiche Art durch das Loch links den Ofen, und so geht es abwechselnd fort. Nach 5 bis 6 Bränden führt man auch in die fünfte Kammer, durch eine der Röhren, $\frac{1}{8}$ Dampf ein und, ist man nach und nach dahin gelangt, alle 20 Minuten $33\frac{1}{3}$ Pf., mithin in der Stunde 100 Pf. Schwefel zu verbrennen, findet man ferner, dass in den Kammern die Bildung der Schwefelsäure, so wie überhaupt die Operationen gut von statten gehen — was sich allerdings nur durch Uebung erlernen lässt —, dann hört man mit der Entwicklung von Salpetersäure im Ofen auf und lässt dieselbe in die zweite Kammer ein.

Da der Schwefel fremde Beimischungen enthält, welche grösstentheils beim Verbrennen im Ofen zurückbleiben, so hat man denselben öfters von diesem Schmutz und anderen zugleich sich ablagernden Unreinigkeiten zu befreien, was durch Herausziehen mittelst eiserner Krücken geschieht.

Was das Einlassen der Salpetersäure in die zweite Kammer anlangt, so wird in der Regel für 100 Pf. Schwefel die Anwendung von 8 bis 9 Pf. Salpetersäure angegeben und angenommen; ich

Digitized by Google

selbst habe niemals damit ausgereicht, sondern es waren stets zwischen 9¼ bis 10 Pf., durchschnittlich 9⅝ Pf. zu 35½ bis 36° (= 1,30 bis 1,33 sp. G.) dazu erforderlich.

Man gibt in die oben gedachte steinerne Flasche 10 Pfund solcher Salpetersäure, öffnet den Hahn nur so weit, dass das Ablaufen dieser Menge durch das Glasrohr in die oberste der in der Kammer befindlichen Schüsseln so lange währt, als das Verbrennen der in Arbeit genommenen 100 Pf. Schwefel, und fährt mit dem Abbrennen von Schwefel und Auffüllen von Säure, die man in der Nähe in Ballons stehen hat, so fort. Nach und nach, wenn die Produktion der Schwefelsäure regelmässig fortgeht und in vollem Gange ist, kann mehr Schwefel verbrannt werden und zwar steigend von 125 bis 145 Pfund pr. Stunde, so dass in 24 Stunden von 3,000 bis 3,500 Pf. in Schwefelsäure umgewandelt werden können.

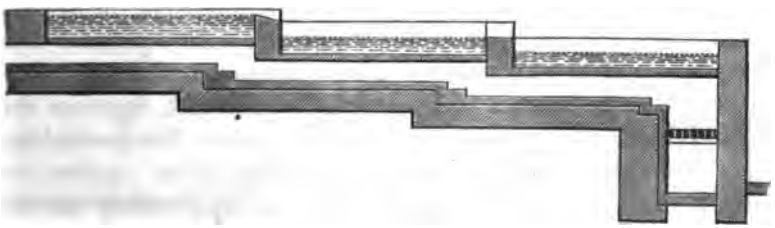
Die grösste Aufmerksamkeit, welche man auf ein gutes Gelingen, d. i. auf die möglichst grösste Ausbeute an Schwefelsäure zu verwenden hat, besteht in dem regelmässigen Zuge und dem Hinzuführen der nöthigen Menge Dampf, unter dem erforderlichen Druck, durch alle in die Kammern einmündende Röhren. Das richtige Verhältniss findet man durch Beobachtungen und Erfahrung nach und nach aus. Man kann zu wenig Dampf einlassen, und das zeigt sich durch das Beschlagen der Fensterscheiben mit reifartigem Anfluge und mit Krystallen, jener bekannten, aus Schwefelsäure, salpetriger Säure und Wasser bestehenden krystallisirten Verbindung. So Etwas kann übrigens nur in Folge von Unachtsamkeit vorkommen, und man hat dann nichts Eiligeres zu thun, als mehr Dampf einzulassen, um die Verbindung aufzuheben, wodurch sich die ausgeschiedene Schwefelsäure in Wasser löst, die salpetrige Säure aber in Salpetersäure und Stickstoffoxydgas zerlegt wird. Es kann aber auch zu viel Dampf eingeführt werden und dann hat man den Nachtheil, dass die Säure in den Kammern schwächer wird; doch ist's stets besser, etwas mehr Dampf, als zu wenig einzulassen. Man kann es als das Zeichen eines guten Fortgangs der Operationen ansehen, wenn, einige Wochen nach dem Beginn der Produktion, die Säure im Messkasten der, mit der zweiten Kammer in nächster und engster Verbindung stehenden, ersten Kammer 59 bis 60° stark ist, und muss man darauf achten, dieselbe bei dieser Dichtigkeit zu erhalten. Die zweite Kammer ist der Sitz zur

Digitized by Google

Bildung von Schwefelsäure, durch Berührung der schwefligen Säure mit der Salpetersäure, und sie wird durch Ablassen der Flüssigkeit, welche viel salpetrige Säure und Stickstoffoxyd enthält, in die erste Kammer fortgesetzt, in der dritten aber wird sie vollendet.

Sobald die in der grossen Kammer sich ansammelnde Säure eine Stärke von 50 bis 52 ° B. erlangt hat, wird sie durch ein bleiernes Rohr, wenn nöthig, nach dem, zum Gebäude für wasserleeres Glaubersalz gehörenden Säurereservoir geleitet oder in ein System bleierner Abdampfpfannen abgelassen. Vier bis sechs solcher Pfannen, eine jede 12′ lang, 5′ 7″ weit und 10½ bis 11″ tief liegen hinter einander, jede nur 1″ tiefer als die vorhergehende und werden durch ein Feuer geheizt. Sie sind aus Bleiplatten, der Quadratfuss 12 bis 15 Pf. schwer, gefertigt, und stehen so mit einander in Verbindung, dass, wenn die höhere zu voll wird, der Ueberfluss in die zweite u. s. w. abfliessen kann. Durch das Abdampfen wird nicht nur Wasser entfernt, sondern es werden auch das noch in der Säure enthaltene schwefligsaure und salpetrigsaure Gas, Stickstoffoxydgas und Salpetersäure ausgetrieben; während des Abdampfens fallen wasserfreies schwefelsaures Eisenoxyd, schwefelsaures Bleioxyd und Gyps als weisse Präcipitate nieder, welche Salze theils aus dem gebrauchten Wasser, theils von der Corrosion der bleiernen und eisernen Geräthe herrühren. Fig. 32 stellt ein System solcher Pfannen im senkrechten Längendurchschnitt dar.

Fig. 32.

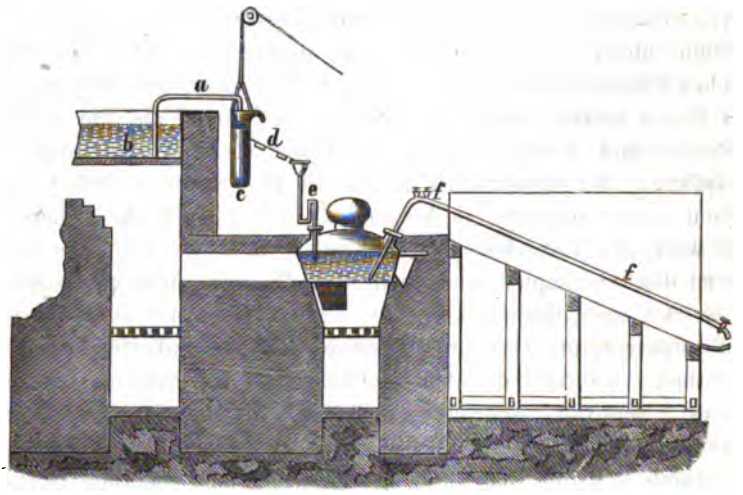


Das Abdampfen wird in den Pfannen bis zur Stärke von 60° bis höchstens 62° (= 1,70 bis 1,75 sp. Gew.) fortgesetzt; höher kann man die Säure in den Pfannen nicht bringen, weil nicht nur zu viel Säure mit dem Wasser verdampfen, sondern auch das Blei durch die Hitze angegriffen werden würde. Die fernere

Digitized by Google

Concentration bis zu 66° B. nimmt man in Destillirapparaten vor, entweder in gläsernen Retorten in Galeerenöfen oder in Destillirblasen aus Platin, deren Löthungen mit Gold gefertigt sind. Diese haben, je nach dem Umfange der Fabrikation, eine verschiedene Grösse, sie fassen 500 bis 2000 Pfund und mehr. Fig. 33 stellt die Platinblase und Fig. 34 den Platinheber dar.

Fig. 33.

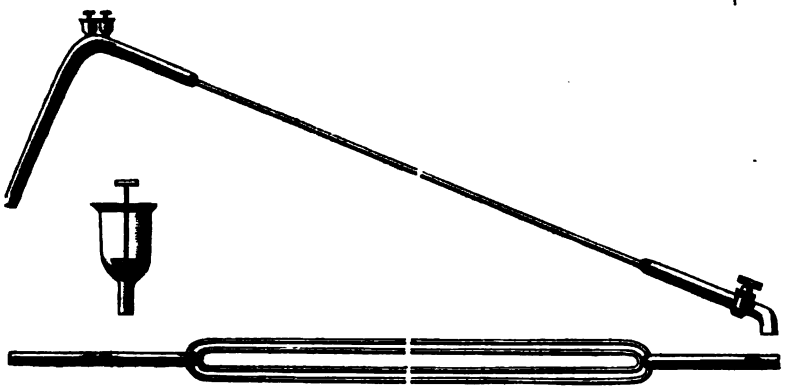


Die Füllung der Blase geschieht, ohne nöthig zu haben, den Helm abzunehmen, durch folgende einfache Vorrichtung. Ein gleichschenkliger bleierner oder Platinheber a taucht mit einem Schenkel in die Säure eines bleiernen Behälters b ein, in welchen dieselbe aus der untersten Pfanne fliesst, der andere befindet sich in einem an einer Schnur hängenden schmalen Gefässe von Platin oder Blei c, welches Säure enthält, eingetaucht, so dass der Flüssigkeitsspiegel in beiden Gefässen in einer Horizontalebene liegt. Soll nun der stets mit Säure gefüllte Heber spielen, so wird das an der Schnur befestigte Gefäss herabgelassen, bis die an der Mündung desselben angebrachte Dille mit einer bleiernen Rinne d in Berührung gekommen, welche die nunmehr aus der Pfanne abfliessende Säure einem in der Wölbung der Blase befestigten Platinrohr e zuführt. Dieses letztere ist nach Art eines Welter'schen Sicherheitsrohres geformt. Das aus Platin gefertigte Helmrohr steht mit einer bleiernen Kühlröhre in Verbindung,

Digitized by Google

welche in einem Bleikasten in schwacher Säure lagert, die durch die Wärme der in der Schlange condensirten Dämpfe concentrirt wird. Während der Destillation geht schwache Säure über, welche Salpetersäure enthält; die in der Blase verbleibende Säure erlangt endlich 66° B. — So wie die Säure diese Stärke hat, was aus dem spec. Gew. der überdestillirten Flüssigkeit erkannt wird, wenn diese 25° zeigt, zieht man dieselbe mittelst des Platinhebers, welcher in einem Gefässe mit kaltem Wasser gelagert ist, aus der Blase ab, kühlt sie in — meistens — irdenen Gefässen nach, und füllt sie nach dem Erkalten in Glasballons, die man in runde Körbe aus Weidenholz geflochten mit Stroh, in Amerika in viereckige hölzerne Kasten (ein mit Ballon gepackter Kasten wird mit dem Namen *Carboy* bezeichnet) einsetzt und mit Heu (*Salt-hay*) verpackt. Die überdestillirte 25grädige Schwefelsäure gibt man zurück in die vierte oder fünfte Kammer. Die Ballons enthalten in Deutschland von 190 bis 220 Pf. und in Amerika von 170 bis 200 Pf. concentrite Schwefelsäure. Die irdenen Stöpsel, mit denen man die Ballons verschliesst, werden mit einem Gemisch von Schwefel und Sand, oder Schwefel und Ziegelsteinpulver überzogen und damit vergossen, und meistens noch mit grober Packleinwand überbunden.

Fig. 34.



Der Platinheber von Bréant Fig. 34 ist wie folgend construirt. In dem Kessel der Blase befindet sich der kurze Schenkel, welcher an der höchsten Stelle mit zwei angelötheten Trichtern versehen ist, die mittelst Stöpseln aus Platin luftdicht verschlossen werden können. Das Platinrohr zertheilt sich in vier dünne Röhren,

Digitized by Google

welche in einer Ebene liegen und durch Draht zusammengehalten werden; sie vereinigen sich unten wieder in ein Rohr, welches mit einem Hahne versehen ist. Man hat den Heber auch in einem mit kaltem Wasser gefüllten Behälter gelagert, wie Fig 33 zeigt. Um den Heber zu füllen, verschliesst man den Hahn, füllt dann den langen Schenkel durch den ersten Trichter mit concentrirter Schwefelsäure; ist er voll, so schliesst man denselben, und füllt noch so viel durch den höher gelegenen Trichter hinzu, bis dieselbe durch den kurzen Schenkel in die Blase abläuft. Darauf wird schnell der Trichter geschlossen, der Hahn geöffnet und es fliesst die heisse Säure, indem vorher eine Oeffnung im Helme gemacht worden ist, um der atmosphärischen Luft Zutritt zu gestatten, durch das den Heber umgebende Wasser gekühlt in die Gefässe. Ist die Blase zum grössten Theile entleert, so wird sie mit heisser Säure aus den Abdampfpfannen gefüllt, und in stetem Gange erhalten. — Jedes kleine Loch, welches die Blase mit der Zeit erhalten sollte, wird mit Gold (— holländischen Dukaten —) mittelst des Oxyhydrogen-Löthrohrs verlöthet.

Die grösste Menge Schwefelsäure zu 66° B., welche ich aus 100 Pf. Schwefel erhalten habe, hat sich im glücklichsten Falle niemals höher als auf 294 Pf. belaufen; im Durchschnitt konnten 290 Pfund angenommen werden.

Die Platinblase wurde nur mit Holz gefeuert und meistens Nadelholz angewandt. Zwei fleissige Arbeiter sägten in einem Tage drei Klafter (*Cord*) Nadelholz, à 128 Kubikfuss, und diese wurden in $7\frac{1}{4}$ Tagen, mithin in 174 Stunden unter der Blase verbrannt; bei der Calculation rechnete man besser nur 7 Tage oder 168 Stunden. In 24 Stunden wurden durchschnittlich 4000 Pf. Schwefelsäure zu 66° von der Blase abgelassen und derjenige Arbeiter, welcher die Platinblase besorgt, hat auch die Feuerung der bleiernen Abdampfpfannen zu überwachen.

Das Concentriren der Schwefelsäure zu 66° in gläsernen Retorten, welche in Sandkapellen im Galeerenofen liegen, vorzunehmen, ist kostspielig und, bei Herausnahme der noch warmen Retorten aus den Kapellen, für den Arbeiter immer eine gefahrvolle Sach. Wenn man genöthigt war, Schwefelsäure in Retorten zu concentriren, dann wurden zwei Galeerenöfen und jede der Retorten mit 60 Pf. Schwefelsäure zu 60 bis 62° beschickt.

Die gewonnene concentrirte Schwefelsäure bildet, frisch von der Blase gekommen und erkaltet, eine klare, ungefärbte, ölartige

Digitized by Google

Flüssigkeit, welche in den Ballons, durch das Hineinfallen von organischen Substanzen öfters bräunlich gefärbt erscheint; sie ist nie chemisch rein, sondern enthält schwefelsaures Bleioxyd, wasserleeres schwefelsaures Eisenoxyd, meistens Spuren von Salpetersäure und Salzsäure, und auch wohl Arsenik und Selen.

Um die Schwefelsäure für den analytisch- und pharmaceutisch-chemischen Bedarf zu reinigen (Acidum sulphuricum purum seu rectificatum; Acide sulphurique pur; Pure sulphuric. acid.) wird sie in Glasretorten rectificirt. Man sprengt den Hals der Retorte ziemlich tief ab, so dass derselbe weit und kurz ist, füllt dieselbe höchstens zur Hälfte mit 66grädiger Säure an, wirft einen mehrfach spiralig gewundenen Platindraht in dieselbe — um dadurch das Stossen beim Kochen zu verhindern —, legt die Retorte in eine weite Kapelle auf eine dünne Lage Sand, umschüttet sie so hoch als nur möglich mit Sand und stülpt eine Kuppel von Eisenblech darüber. Sodann wird ein grosser Kolben vorgeschoben, zwischen den Hals der Retorte und den des Kolbens ein Stück dicken Platindrahts gesteckt, damit nicht Glas auf Glas liege, und erhitzt, zuerst gelinde, nach und nach aber so stark, dass der Boden der Kapelle glüht; die Vorlage hält man durch einen Strahl kalten Wassers beständig kühl. Wenn von der Einlage etwa der 6. Theil überdestillirt ist, wird die Vorlage abgenommen, eine vollkommen trockene andere vorgeschoben und die Destillation so weit getrieben, bis etwa höchstens $\frac{3}{4}$ der Säure übergegangen sind. — Die erste Abnahme ist eine weniger starke Schwefelsäure, welche Salpetersäure und möglicherweise auch Chlor enthält, die zweite Abnahme ist reine Schwefelsäure von 1,845 bis 1,850 sp. G., und der Rückstand in der Retorte enthält die übrige Säure, nebst den nicht flüchtigen Verunreinigungen, schwefelsaures Eisenoxyd u. dgl. m. Die erste Abnahme kann, sowie der Retortenrückstand, da verwendet werden, wo die Verunreinigungen nichts schaden.

Ungleich schneller als die Destillation der Schwefelsäure in Retorten im Sandbade, geht dieselbe auf die von Berzelius[1]) angegebene Weise von statten. Als ich diese Methode versuchte, wandte ich nur 6 bis 7 Pfund an, stieg aber nach und nach bis

---

1) Berzelius Lehrb. d. Ch. übersetzt von Wöhler. 1831. 4. Bd. 2. Th. S. 835. Taf. 2, Fig. 10.

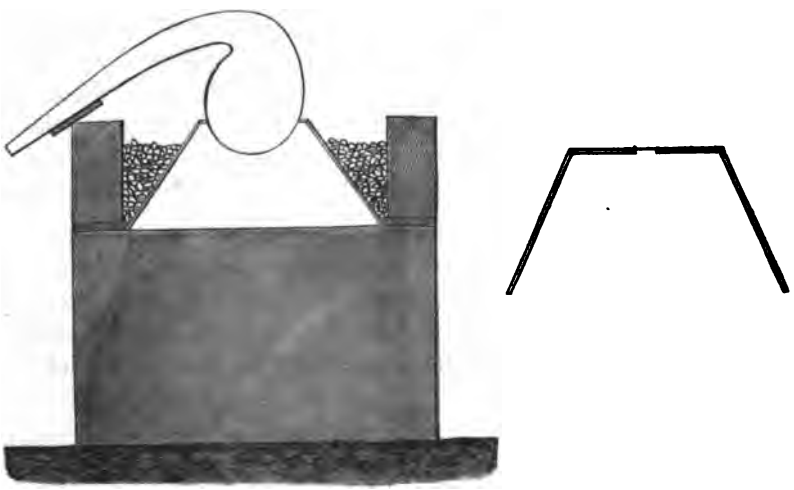
Digitized by Google

zu Mengen von 16 bis 18 Pfunden, und bin später von dieser Destillationsweise nicht wieder abgewichen. Man kann bei der nöthigen Aufmerksamkeit in der kurzen Zeit von höchstens 4 Stunden von 16 Pf. ordinärer concentrirter Säure 12 Pfund überdestilliren, und es ist mir höchst selten vorgekommen, dass während der Destillation die Retorte oder der Kolben zerriss; doch ist's nöthig, sich von seinem Retortenvorrathe eine solche auszusuchen, deren Hals nicht zu stark von Masse ist und — was die Hauptsache — dahin zu sehen, dass dessen Schnabel weit in die Vorlage hineinreiche, damit die schnell auf einander folgenden Tropfen nicht auf das Glas, sondern auf die schon überdestillirte Säure fallen. Wie bei der Destillation in Retorten im Sandbade wechselt man auch hier, nachdem etwa $\frac{1}{6}$ übergegangen, die Vorlage, doch mit dem Unterschiede, dass man in dieselbe einige Unzen reiner concentrirter Schwefelsäure gethan und beides, Vorlage und Säure, vorher stark erwärmt hatte.

Die Vorrichtung für diese Art Destillation, welche von mir in Mancherlei abgeändert worden, ist folgende. (Fig. 35.)

Man führt ein gutes, dichtes quadratisches Mauerwerk von $2\frac{1}{4}$ Fuss im Durchmesser und von etwa $1\frac{1}{4}$ Fuss Höhe auf, und setzt einen breit abgeschnittenen Kegel von starkem Eisenblech (Dampfkesseleisen) auf dasselbe; dieser hat unten einen Durchmesser von 22″ und oben einen solchen von 9″ und ist 9″ hoch,

Fig. 35.



Digitized by Google

die obere Oeffnung des Kegels ist 7¼ bis 8″ weit und dient zur Aufnahme der Retorte, welche bis zu ⅓ in denselben hinabreicht. Sodann legt man einen 1″ starken Kranz von guten, hartgebrannten Backsteinen dicht um den Kegel herum und setzt auf denselben eine runde Wand von 8″ langen ebenfalls hartgebrannten Backsteinen, die man auf die Hochkante stellt und durch Mörtel gut verbindet. An zwei in der Mitte einander parallel gegenüber liegenden Stellen des Ofens bringt man Schlitze an, welche 1″ weit und 2″ hoch sind und durch passende Backsteinstückchen geöffnet und verschlossen werden können.

Sobald der Ofen lufttrocken und durch schwaches Feuer nach und nach vollkommen ausgetrocknet ist, hängt man die mit 16 bis 18 Pf. Schwefelsäure besetzte Retorte in die Oeffnung des Kegels, legt unter deren Hals einen etwas ausgehauenen Backstein, wirft einige glühende und todte Kohlen um den Kegel herum und, wenn dieselben zu brennen anfangen, wird der Raum zwischen Kegel und Backsteinwand etwa ¾ hoch mit gut ausgebrannten, nicht knisternden und springenden Holzkohlen gefüllt; dann schliesst man die beiden Schlitze und stülpt einen zweiten Kegel von Eisenblech über die Retorte, welcher auf dem Mauerwerke ruht. Dieser Kegel ist 11½ bis 12″ hoch, unten 23″ und oben 12″ weit, ist oben mit einem zweizölligen Loche, welches nach Umständen mit einem Stück starken Eisenblech bedeckt wird, und an den Seiten mit zwei Henkeln versehen, hat da, wo derselbe über dem Retortenhalse fusst, einen Ausschnitt — wie an einer umgestülpten Kapelle — und an einer Seite eine kleine Thür, wenn nöthig zum Nachtragen von Kohlen, die man mit einem eisernen Haken in dem Ofen vertheilt. Man thut wohl, diesen Ofen in einem Lokale zu errichten, in welchem keine anderen Arbeiten vorgenommen werden.

Reine Schwefelsäure ist eine farb- und geruchlose, wasserhelle, ölartige Flüssigkeit, hat einen sehr sauren, ätzenden, Geschmack, besitzt ein sp. G. von 1,845 bis 1,850 bei + 15,5° C. kocht bei 326° und krystallisirt bei — 34° C., und zieht begierig Wasser aus der Luft an, wesshalb die Gefässe, in denen sie aufbewahrt wird, stets fest verschlossen sein müssen. Sie ist auf die Verunreinigungen durch Salpetersäure, Chlor, schweflige und arsenige Säure, auf Blei-, Eisen- und Zinn-

Digitized by Google

owyd, Thonerde, Kalk zu untersuchen, falls eine nicht rectificirte Säure für reine substituirt sein sollte.

Schwefelwasserstoffwasser.

$$HS + xHO.$$

(Hydrothionsäure; Aqua hydrosulphurata, Acidum hydrothionicum; Acide hydrosulfurique liquide; Hydrosulphuric acid, Hydrothionic acid.)

In einen Kolben gibt man $\frac{5}{8}$ Pf. gröblich zerstossenes Schwefeleisen und verbindet denselben durch Glasröhren mit zwei Flaschen, wie bereits bei »nydrothionsaurem Ammoniak« näher erörtert worden ist; in der dem Entwicklungsgefässe zunächst stehenden zweihalsigen Flasche wird das Gas gewaschen, und in die hintere grössere Flasche, welche auch hier nicht verkittet, sondern nur mit einer Glasscheibe locker bedeckt wird, giesst man 16 Pf. destillirtes Wasser. Nachdem alle die übrigen Oeffnungen luftdicht verschlossen sind, giesst man durch den im Entwicklungsgefässe eingesetzten Sperrtrichter etwa 3 Pf. diluirter Schwefelsäure (aus 1 Th. concentr. Säure und 5 Th. Wasser gemischt), worauf die Gasentwicklung sogleich beginnt, die man durch Einwirkung mässiger Wärme im Sandbade befördert; wenn nach einiger Zeit das Glucken nachlässt, gibt man noch $1\frac{3}{8}$ bis $1\frac{1}{2}$ Pf. verdünnte Säure nach. Erscheinen später keine Gasblasen mehr, dann wird die Röhre, welche die beiden Flaschen verbindet, herausgezogen, und das klare und farblose Schwefelwasserstoffwasser in $\frac{1}{2}$ bis 1 Pf. haltende Stöpselgläser gefüllt, welche mit Harzkitt versiegelt und umgestülpt im Keller aufbewahrt werden müssen. Beim Versenden werden die Flaschen noch mit Blase und Papier verbunden.

Das aus $\frac{5}{8}$ Pf. Schwefeleisen (wenn untadelhaft) durch diluirte Säure entwickelte Gas reicht hinlänglich aus, um 16 Pf. Wasser vollkommen damit zu schwängern.

Das Schwefelwasserstoffwasser bildet eine farblose und klare Flüssigkeit, welche schwach sauer reagirt, unangenehm nach faulen Eiern riecht und einen schwach hepatischen Geschmack besitzt.

Digitized by Google

Das Wasser kann, wenn das zur Bereitung desselben entbundene Gas nicht gewaschen worden, Schwefelsäure enthalten; und, wenn dasselbe trübe und milchig wird, ist es zum Theil durch den atmosphärischen Sauerstoff zersetzt.

Schwefelkohlenstoff.

CS_2.

(Schwefelalkohol; Carbonium sulphuratum, Alcohol sulphuris; Soufre carburé, Sulfure de carbone; Sulphuret of Carbon, Bisulphide of Carbon, Alcohol of sulphur.)

Die Versuche, den Schwefelkohlenstoff in grösseren Mengen darzustellen, haben mir in früheren Jahren sehr viel Mühe verursacht. Die Bereitungsweise nach Lampadius, aus Kiesen, ist — im Grossen — unmöglich auszuführen, weil es schien als ob brauchbare Kiese sehr selten zu finden seien, und die Anwendung der Schwefeltreibröhren überdem noch verschiedenen praktischen Schwierigkeiten unterlag. Alle mir gelieferten Kiese habe ich mit und ohne Zuschläge in Arbeit genommen und nur eine Sorte brauchbar gefunden; jedoch konnte man von dieser Sorte nur wenig für den Betrieb im Grossen erhalten, und dann auch war die Ausbeute an Schwefelalkohol sehr veränderlich. Sie variirte im Verhältniss von 1 : $2\frac{1}{2}$, und die Arbeit war kaum lohnend. Auch die Benutzung des Schwefelantimon's hat mir nicht gelingen wollen. Selten fand ich den Ertrag von 6 Drachmen, vom Pfunde Antimon, oft aber erhielt ich gar nichts. Schneller, und wie ich es später stets ausgeführt habe — und wie die Operation jetzt wohl im Allgemeinen durchgeführt wird — gelingt's durch Einwirkung dampfförmigen Schwefels auf glühende Kohlen.

Ich habe porcellanene und irdene Röhren angewendet, allein die ersteren kommen beim Arbeiten im Grossen zu theuer, und die irdenen konnte man sehr selten gut gebrannt erhalten; dann versuchte ich eiserne Röhren, gegossene sowohl als aus gehämmertem Eisen gefertigte, welche am Hintertheile verschlossen und, einige Zoll vom Ofen entfernt, hatte man auf dem Rohre eine

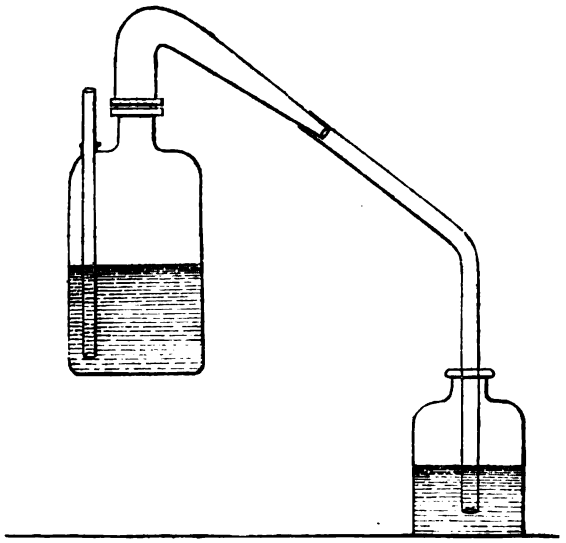
Digitized by Google

Tülle zur Aufnahme des Schwefels angebracht. Die eisernen Röhren mussten durchweg verworfen werden, weil sie zu sehr angegriffen wurden und man sehr wenig Schwefelalkohol erhielt. Dann wurde eine tubulirte irdene Retorte, durch deren Tubus eine irdene Röhre bis fast auf den Boden geschoben wurde, versucht; man war mit der Ausbeute an Präparat zufrieden, allein es ergab sich, dass solche Retorten nur einmal gebraucht werden konnten, da unsere Töpfer nicht im Stande waren, dergleichen Gefässe untadelhaft anzufertigen, oder vielmehr das richtige Brennen nicht zu verstehen schienen. Man gab desshalb dem irdenen Destillationsgefässe (versuchsweise) eine andere Form, und ich hatte dadurch meinen Zweck und zwar doppelt erreicht, einmal weil diese Geschirre von den Töpfern sehr dauerhaft gefertigt wurden, und auch, weil nun die Operationen ohne alle Gêne sich durchführen liessen.

Mein Destillationsgefäss ist aus feuerfestem Thon gefertigt und gut gebrannt, hat die Form einer cylindrischen Flasche und einen schwachkesselförmigen Boden. Dasselbe ist 18″ hoch bis an den Hals und 11″ weit; der Hals ist 3″ hoch und 3″ weit im Lichten. Das krumme irdene Aufsatzrohr ist bis zum Mittelpunkte der Biegung 18 bis 19″ lang und 6 bis 7″ hoch. Dasselbe hat unten einen hervorstehenden Rand oder Falz, passt bequem in den Hals der Flasche und seine untere Weite beträgt 3″. Nach und nach geht dieses helmartige Rohr verjüngt zu, so dass dessen Lichtenweite am äussersten Ende $1\frac{1}{4}$ bis $1\frac{1}{2}$″ beträgt. Das irdene Fortsatzrohr ist bis an das Knie 16 bis 20″ und von da bis an die Mündung gleichfalls 16 bis 20″ lang. Oben auf dem Gefässe ist am Rande ein 2″ hoher Tubus angebracht, welcher gut $1\frac{3}{4}$″ im Lichten weit ist und durch welchen ein gut passendes irdenes Rohr bis etwa $1\frac{1}{2}$ bis 2″ über dem Boden mündend, hindurch geschoben wird. Dieses, namentlich in seinem Innern von Höckern und Vertiefungen freie, vollkommen gerade Rohr ist von 23 bis 26″ lang, bei einer Lichtenweite von mindestens $1\frac{1}{4}$″. Als Vorlage dient eine Glasflasche mit weiter Mündung, die man während der Operation zur Hälfte mit Wasser füllt. In der ersten Zeit habe ich diese Flasche luftdicht verkittet, durch ein Glasrohr mit einer zweiten Flasche, in welcher etwas Wasser vorgeschlagen war, verbunden und die letztere offen gelassen, allein später gefunden, dass solches unnöthig ist; die Oeffnung der Vorlage wird mit einer Glasscheibe locker bedeckt.

Digitized by Google

Fig. 36.



Nachdem die gerade irdene Röhre durch den Tubulus des Destillirgefässes geschoben und mit Lehm und Rossäpfeln gut verdichtet worden, wird das letztere bis oben hin mit frisch ausgeglühter Holzkohle, die nicht kleiner als Haselnüsse sein dürfen, gefüllt und dann in einen eisernen Kanonen- oder Cylinderofen gestellt, oder auch in einen im Innern aus Charmottesteinen rund aufgeführten Ofen, welchen man nach oben hin etwas verjüngt zulaufen lässt, um die Oeffnung zwischen Mauerwerk und Thongefäss während der Operationszeit mit (runden) Kesselsteinen belegen zu können, und dadurch die Hitze bestmöglichst anzuhalten. Hiernächst wird das krumme Falzrohr eingesetzt und das lange Knierohr, dessen unteres Ende bis beinahe auf den Boden der Vorlage mündet, vorgeschoben. Die Fugen werden mit Lehm und Rossäpfeln gut verkittet, die Oeffnung der geraden in das irdene Gefäss gehenden Röhre wird während der Operation mit einem irdenen Stöpsel verschlossen und die Glasflasche, wie oben bereits bemerkt, mit einer Glas- oder Thonscheibe locker bedeckt.

Wenn die Lehmwulste getrocknet sind, umgibt man das Destillationsgefäss mit Holzkohlen oder gutgebrannten Cokes und, wenn dasselbe bis zur Rothglühhitze heiss geworden, trägt man durch die Röhre Schwefel in ganzen Stücken nach und nach ein

Digitized by Google

und verschliesst jedesmal die Oeffnung wieder mit dem Stöpsel. Die Gasentwicklung zeigt sich augenblicklich, und unter dem Wasser der Vorlage, welche man in einem Gefässe durch Wasser, Eis oder Schnee kühl zu erhalten hat, sammelt sich der Schwefelkohlenstoff. Das Eintragen des Schwefels wird so lange fortgesetzt, bis das Gewicht desselben fünfmal mehr beträgt als das der in Arbeit genommenen Kohle. Hierauf verschliesst man die Röhre nicht wieder, damit die Flüssigkeit in der Vorlage nicht zurücksteigen kann, und lässt den Apparat erkalten. Der erhaltene Schwefelalkohol wird nun mittelst eines Scheidetrichters so gut als möglich vom Wasser getrennt und in einer Glasretorte bei sehr gelinder Wärme bis fast zur Trockne rectificirt. Ob derselbe rein ist, erfährt man dadurch, dass man eine Probe mit kohlensaurem Bleioxyd schüttelt. Wird dasselbe schwarz gefärbt, was meistens der Fall ist, so schüttelt man die Gesammtmenge mit kleinen Mengen Bleiweiss, bis eine neue Probe nicht mehr gefärbt wird, folglich der anhängende Schwefelwasserstoff entfernt ist. Man lässt nun das Schwefelblei absetzen, filtrirt die Flüssigkeit und bewahrt sie in gut verschlossenen Flaschen auf. Man erhält an Gewicht etwa so viel Schwefelalkohol als man Schwefel verbraucht hatte.

Der Schwefelalkohol bildet eine farblose, durchsichtige Flüssigkeit von durchdringendem übelm Geruche, schmeckt scharf, brennend, besitzt ein spec. Gew. von 1,26, ist noch nicht zum Erstarren gebracht worden, erregt durch's Verdampfen grosse Kälte, ist höchst flüchtig, siedet bei + 43° C., reagirt neutral, löst sich nicht in Wasser, aber in Alkohol, Aether und Oelen auf. Er löst Schwefel, Phosphor und Harze auf, erweicht Federharz. Beim Verdunsten darf der Schwefelkohlenstoff keinen Schwefel, wie überhaupt nichts Festes hinterlassen, und muss, wie schon oben bemerkt, frei von Schwefelwasserstoff sein.

Phosphor.

P.

(Brand's-, Kunkels-, Englischer- oder Harnphosphor; Phosphorus; Phosphore; Phosphorus.)

In einen grossen aus 2″ starken Bohlen (*planks*) gefertigten Bottich, welcher bei einer Höhe von 3′ 9″ einen Durchmesser

Digitized by Google

von 3′ 10″ hat, werden 90 Pf. weissgebrannte und gemahlene Knochen gegeben. (Man benutzt zum Weissbrennen solche Knochen, die nicht dunkel genug gebrannt sind und zum Zermahlen für Knochenschwarz — *Ebur ustum* — nicht wohl gebraucht werden können.) Auf dieses Knochenpulver giesst man 4 Eimer (40 bis 48 Quart) kaltes Wasser und setzt unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel 75 Pf. Schwefelsäure von 66° B. hinzu, worauf alsdann noch 10 bis 14 Eimer siedend heisses Wasser dem Gemisch untergerührt werden. Die Bottiche können im Sommer unter einen Schuppen gestellt werden, im Winter aber müssen sie in einem warmen Lokale stehen.

Man lässt den dünnen Brei 2 bis 3 Tage lang stehen, während welcher derselbe öfters mit dem Rührholze durchgearbeitet werden muss; dann lässt man ruhig klären, zieht die Lauge mit einem bleiernen Heber ab, bringt sie in eine bleierne Pfanne und gibt Feuer. Der Rückstand wird noch zweimal mit je 18 bis 20 Eimern Wasser behandelt, und derselbe später auf Spitzbeuteln oder in einem Filtrirbottich mit kaltem Wasser ausgesüsst; der ausgewaschene schwefelsaure Kalk wird zur Zersetzung des Hornspiritus benutzt. Sämmtliche Flüssigkeiten werden in der bleiernen Pfanne bis auf etwa 5½ bis 6 Eimer eingekocht, dann wird das Feuer entfernt, die Heitzthüre offen und die Flüssigkeit zum Abkühlen in der Pfanne gelassen.

Nach 24 stündigem Stehen wird die Lauge von dem in zarten krystallinischen Massen ausgeschiedenem Gyps durch Filtration in einem leinenen Spitzbeutel getrennt und derselbe mit wenigem kaltem Wasser nachgewaschen. Diese saure phosphorsaure Kalkauflösung wird in die reingewaschene Bleipfanne zurückgegeben und, bei langsamen Feuer, zur Syrupsconsistenz eingedampft, worauf man dieselbe mit 6 bis 7 Pf. Kohlenpulver — am besten aus leichtem Holz gebrannt — gut vermischt und unter stetem Umrühren zu einer etwas feuchten, bröcklichen Masse abdampft. Dieses Gemisch wird alsdann in einem flachen eisernen Kessel — sogenannte Reibschaale — in dem Verhältniss von 24 Durchmesser zu 7 Tiefe im Mittelpunkte, unter fortwährendem Umrühren bis zum Glühen erhitzt, um dasselbe von Wasser und Schwefelsäure zu befreien und die Bildung von Phosphorwasserstoffgas nach Möglichkeit zu ver-

Fig. 87.

Digitized by Google

meiden. Die Masse wird noch heiss gepulvert und feuerfeste irdene, eine jede etwa 7 bis 8 Pf. Wasser fassende Retorten zur Hälfte damit gefüllt.

Man thut wohl, diese Retorten vorher noch mit einem Gemisch von gutem Lehm, dann Pulver von zerbrochenen Chamottesteinen und etwas Haaren oder Rossäpfeln zu beschlagen und gehörig austrocknen zu lassen. Die Retorten werden auf das — nach oben zu — etwas ausgekühlte Mauerwerk des horizontalen Zuges eines Reverberirofens gestellt, damit dieselben rund herum von der Flamme umspielt werden können, und es wird eine jede mit einer kupfernen Vorlage verbunden, die halb mit Wasser gefüllt und mit einer Ableitungsröhre versehen ist. Zum Verkitten des Retortenschnabels mit dem Rohre der kupfernen Vorlage, bedient man sich am besten des oben erwähnten Gemenges, mit welchem die Retorten beschlagen werden.

Fig. 38.

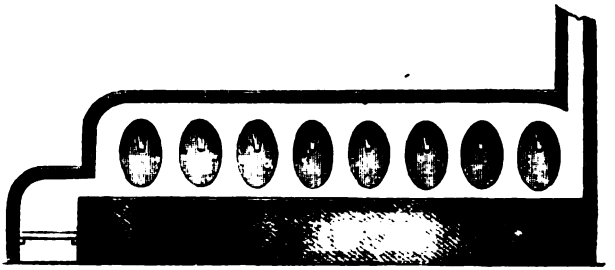


Fig. 39.

Das kupferne Rohr, welches einige Linien tief unter das Wasser der Vorlage taucht, so dass dasselbe die Mündung sperrt, steht mit einer Kupferscheibe in Verbindung, welche zugleich als Verschluss der Vorlage dient.

Sind die Apparate gehörig zusammengesetzt, dann gibt man Feuer, welches Anfangs langsam und allmählig bis zum Glühen der Retorten, das nach Verlauf von 3 bis 4 Stunden eintritt, verstärkt wird. Man unterhält ein starkes Feuer, welches fast zur Weissglühhitze getrieben wird, so lange, bis aller Phosphor übergegangen ist. Mit dem in Dämpfen übergehenden Phosphor, die im kupfernen Rohre

Digitized by Google

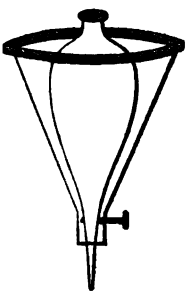
tropfbar werden, entweicht das erzeugte kohlensaure und Kohlenoxyd-Gas, gegen das Ende der Operation aber entbindet sich eine brennbare, phosphorhaltige Gasart, welche ein Gemenge von Phosphordampf mit Kohlenoxydgas oder Phosphorwasserstoffgas sein dürfte. Treten diese Gase aus, dann kann die Arbeit als beendigt angesehen werden, worauf man noch einmal Feuer gibt. Die Arbeitszeit vom An- bis zum Abfeuern des Ofens währt von 24 bis 27 Stunden.

Nach dem Erkalten nimmt man die Apparate auseinander; der in den Retorten verbliebene Rückstand, basisch phosphorsaure Kalkerde nebst etwas Kohle, wird dem künstlichen Dünger beigegeben.

Den erhaltenen rohen Phosphor findet man beim Oeffnen der Vorlagen auf deren Böden, hin und wieder auch etwas in den kupfernen Röhren, dicht über dem Wasserspiegel; derselbe ist durch rothen Phosphor, oft auch durch Kohlenpulver und andere zufällige Beimischungen verunreinigt. Um denselben davon zu befreien, wird er unter warmem Wasser geschmolzen, wobei das anhängende Phosphoroxyd und die Kohle obenauf schwimmen, welche zum grössten Theile abgehoben werden können, und er wird dann, gleichfalls unter warmem Wasser, durch weissgahres Ziegenleder oder dichte Leinwand gedrückt. Hierauf bringt man denselben in Stangen. Ich führe Das auf die Weise aus, dass ich eine Anzahl nach unten zu sich etwas verjüngender Glasröhren, am engeren Ende mit Korkstöpseln verschlossen, in eine durchlöcherte starke Kupferplatte stecke. Diese Platte ruht auf einem, in einem 10″ hohen kupfernen Cylinder von 6″ Durchmesser, etwa 2″ unter dessem Rande angebrachten Falze; am Boden des Cylinders befindet sich ein kleiner messingener Hahn.

Zum Schmelzen des Phosphors dient ein aus Kupferblech gefertigter Doppeltrichter, welcher in einem rundausgeschnittenen Holzstatif hängt, nach beigefügter Zeichnung. Der innere hat einige Zoll über der Mündung seiner Röhre einen messingenen Drehhahn, wie bei Scheidetrichtern; in diesen wird der unter Wasser zerschnittene Phosphor gebracht und dann so viel warmes Wasser hineingethan, dass dasselbe den Phosphor bedeckt. Der äussere Trichter wird mit warmem Wasser

Fig. 40.



Digitized by Google

von 45 bis 50° C. gefüllt. Hiernächst giesst man auch in den Cylinder so viel warmes Wasser, dass dasselbe bis dicht unter der Kupferplatte steht; jede der Röhren füllt man etwa zur Hälfte mit warmem Wasser. Sobald der Phosphor geschmolzen, hebt man mittelst einer runden Zange, welche den Rand des Doppeltrichters genau umschliesst, aus dem Statif, hält die Trichterröhre über eine der Glasröhren, öffnet den Hahn und lässt so viel des geschmolzenen Phosphors hineinlaufen, bis das Wasser bis auf etwa 1 bis 1½" aus der Röhre verdrängt ist; ebenso fährt man mit den übrigen Röhren fort. Sind sie alle gefüllt, dann lässt man das Wasser durch den Hahn ab, und füllt den Cylinder bis unter die Platte mit kaltem Wasser, um den Phosphor zum Erstarren zu bringen. Man schiebt den Phosphor aus den Glasröhren und bewahrt ihn in starken, mit ausgekochtem Wasser gänzlich gefüllten Glasflaschen vor Lichtzutritt an dunkelen Orten auf.

Aus 90 Pf. Knochen wurden von 7¼ bis 9 Pf. — im Mittel 8¼ Pf. — Phosphor erhalten.

Phosphor ist eine gelblichweisse (farblose) durchsichtige Substanz, in der Kälte spröde, bei mittlerer Temperatur weich, biegsam und zähe, und lässt sich wie eine Mischung von Harz und Wachs schneiden. Er schmeckt scharf, widrig, wirkt giftig, stösst an der Luft weisse dem Arsenikdampfe ähnlich riechende, im Finstern leuchtende (phosphorescirende) Dämpfe aus, indem er langsam oxydirt wird. In der Wärme schmilzt er, in verschlossenen Gefässen (oder unter Wasser) schon bei 45° C., gibt eine ölartige Flüssigkeit, fängt bei 103° an sich stark zu verflüchtigen, kocht bei 290°, entzündet sich bei 75° an der Luft, verbrennt mit einer sehr hellen, weissen Flamme, und stösst einen dicken, weissen Rauch von wasserfreier Phosphorsäure aus. Sein spec. Gew. ist = 1,77. Beim Lichtzutritt wird er gelb bis roth, unter Wasser überzieht er sich nach und nach im Dunkeln mit einer weissen, matten Kruste, welche Phosphor im veränderten Aggregationszustande ist. Der Phosphor löst sich nicht in Wasser, ein wenig in Aether, in Alkohol, je reiner beide sind, desto mehr. Fette Oele lösen denselben ebenfalls auf, die Auflösungen leuchten im Dunkeln; auch in ätherischen Oelen und Schwefelkohlenstoff ist der Phosphor auflöslich. Der geröthete oder rothe Phosphor raucht nicht, kann aber durch Destillation aus einer mit Wasser

Digitized by Google

gefüllten Retorte in eine mit Wasser gefüllte Vorlage, wieder in den vorigen Zustand durchgeführt werden.

Der Phosphor kann Arsenik enthalten, und ist auch auf Schwefel zu prüfen, mit welchem derselbe verfälscht vorgekommen ist.

Phosphorsäure.

$PO_5 + HO$, und $PO_5 + xHO$.

(Knochensäure; Acidum phosphoricum, Acidum phosphori, A. ossium; Acide phosphorique; Phosphoric acid.)

a. Bereitung der geschmolzenen oder glasigen Säure (Acidum phosphoricum glaciale). $PO_5 + HO$.

In einen grossen aus 2″ starken Bohlen gefertigten Bottich, welcher bei einer Höhe von 3′ 9″ einen Durchmesser von 3′ 10″ hat, werden 90 Pf. weissgebrannte und gemahlene Knochen gegeben. Auf dieses Knochenpulver giesst man 4 Eimer kaltes Wasser und setzt, unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, 75 Pf. Schwefelsäure von 66° B. hinzu, worauf dann noch 12 bis 14 Eimer siedendheisses Wasser dem Gemisch untergerührt werden. Man lässt den dünnen Brei, im Sommer unter einem Schuppen, im Winter in einem warmen Gebäude, 2 bis 3 Tage lang stehen, während welcher Zeit derselbe öfters mit dem Rührholze tüchtig durchgearbeitet werden muss; dann lässt man ruhig abklären, zieht die klare Lauge mit einem Bleiheber ab, bringt dieselbe in eine bleierne Pfanne und gibt Feuer. Der Rückstand wird noch zweimal mit je 18 bis 20 Eimern Wasser behandelt, und dasselbe später auf Spitzbeuteln oder einem Filtrirbottich mit kaltem Wasser ausgesüsst. Sämmtliche Flüssigkeiten werden in der bleiernen Pfanne bis auf etwa $5\frac{1}{2}$ bis 6 Eimer eingekocht, dann wird das Feuer entfernt, die Heizthüre offen und die Flüssigkeit in der Pfanne gelassen. Sobald sich Alles, Säure und Mauerwerk, ziemlich abgekühlt, bringt man die Flüssigkeit in einen eben solchen Bottich, wie man sich zur Zersetzung der Knochen mittelst Schwefelsäure bedient hatte, verdünnt mit 6 bis 8 Eimern Wasse rund setzt so lange Hornspiritus hinzu, als noch

Digitized by Google

ein Niederschlag entsteht; es werden dazu 15 bis 16 Eimer Spiritus, oftmals, wenn derselbe stark, auch nur 6 bis 7 Eimer erforderlich sein. Man lässt den Niederschlag sich absetzen, bringt die klar abgezogene ammoniakalische Lauge zurück in die vorher reingewaschene Bleipfanne, giesst noch 3 bis 4 Eimer Wasser auf den Rückstand, rührt gut durch und lässt denselben sich wieder setzen. Alsdann gibt man die geklärte Flüssigkeit gleichfalls in die Pfanne, bringt den Rückstand auf Spitzbeutel und süsst denselben aus. Sämmtliche Flüssigkeiten werden in der bleiernen Pfanne langsam bis zur dünnen Syrupsconsistenz eingekocht, worauf man unter stetem Umrühren mit einem Holzspatel bis zur bröcklichen Salzmasse abraucht. Ein weiteres Austrocknen derselben nimmt man nun, um der bleiernen Pfanne nicht zu schaden, in grossen irdenen Satten (Schüsseln) im Sandbade vor. Der durch den Hornspiritus erzeugte Niederschlag ist basisch phosphorsaurer Kalk, welchen man bei neuen Ansätzen den Knochen beigibt und gleichfalls wieder mit Schwefelsäure behandelt. Das dunkelgelb bis braun gefärbte phosphorsaure Ammoniak bringt man in grosse Glaskolben, deren Hälse durch wiederholtes Absprengen für andere Arbeiten zu kurz geworden sind, und zersetzt dasselbe im heissen Sandbade oder man nimmt die Zersetzung in grossen hessischen Tiegeln vor. Das phosphorsaure Ammoniak, dem stets etwas schwefelsaures Salz anhängt, muss, weil es sich ziemlich stark aufbläht, nach und nach in die Zersetzungsgefässe gegeben werden und, wendet man grosse Glaskolben an, dann hat man dafür zu sorgen, dass das Eintragen des Salzes stets in die Mitte derselben geschehe. Bei der Benutzung von hessischen Tiegeln, die ich für diese Zwecke oftmals sehr schlecht gebrannt gefunden habe, thut man wohl, den das Ammoniaksalz enthaltenden Tiegel in einen grösseren zu stellen, damit, wenn - was sich nicht selten ereignet — der Tiegel Risse bekommt und phosphorsaures Ammoniak enthaltende Phosphorsäure durchlässt, dieselbe in den äusseren Tiegel gelange und nicht verloren gehe. Solche Tiegel können zu dergleichen Arbeiten nicht wieder benutzt werden; sind dieselben zu sehr lädirt, dann werden sie zerschlagen, mit Wasser ausgelaugt, und die erhaltene saure Flüssigkeit zu neuen Ansätzen benutzt. Gutgebrannte derartige Tiegel halten öfters acht bis neun Operationen aus.

Die Inhalte der Tiegel, wenn letztere wegen Untauglichkeit nicht zerschlagen zu werden brauchen, kann man, noch warm,

Digitized by Google

leicht herausnehmen, die Kolben aber müssen zerschlagen werden. Der in dem einen Gefässe sowohl wie in dem andern enthaltenen Phosphorsäure hängt stets noch mehr oder weniger Ammoniaksalz an, sie enthält auch Schmutztheile von zersetztem Oel u. dgl. des angewandten Hornspiritus, und ist daher etwas gefärbt. Um dieselbe farblos zu erhalten, wird sie sammt den Glasscherben und Tiegelstückchen in grossen irdenen Schüsseln im Sandbade mit destillirtem oder Regenwasser behandelt, ist Alles aufgeweicht, die von den Glas- und Tiegel-Stücken in leere Schüsseln abgegossene concentrirte Auflösung mit gröblichgepulverter Holzkohle ½ Stunde lang digerirt, dann durch flanellene Tücher oder Spitzbeutel filtrirt und ausgesüsst. Die stärkere Auflösung dampft man für sich in irdenen Schüsseln im Sandbade ein, und die schwächeren Flüssigkeiten werden zum Aufweichen neuer Tiegel- oder Kolbeninhalte benutzt. Wenn die in den irdenen Schüsseln enthaltene Säure um ein Bedeutendes eingedampft ist, fängt sie in den Gefässen theilweise in die Höhe zu kriechen an und gesteht in der Kälte zu einer schmalzartigen Masse. In diesem Zustande kocht man sie im Platintiegel nach und nach ein und, wenn das Wasser soweit entfernt ist, dass abermals Ammoniak sich zu entwickeln anfängt, bringt man die Säure vorsichtig in glühenden Fluss, und erhält sie darin bis keine ammoniakalischen Gerüche mehr wahrgenommen werden, worauf die ruhig wie Oel fliessende Masse auf eine reine, polirte und mit Oel abgeriebene Eisenplatte in dünne Streifen ausgegossen wird. Wenn die Streifen sich so weit abgekühlt haben, dass sie sich von der Platte losziehen lassen, werden sie gedreht und dann zum völligen Erhärten auf eine kältere Stelle der Platte gelegt. Sobald die Säure wie Glas zerbricht, wird sie in abgewogenen Mengen in trockne ¼ Pf. bis 1—2 Pf. Wasser fassende Gläser gegeben, welche man gut verkorkt, verpicht und mit Blase verbindet.

Es wurden aus zwei Ansätzen, oder aus 180 Pf. Knochen und 150 Pf. Schwefelsäure, von 25 bis 30 Pf. im Mittel also 27½ Pf. glasige Phosphorsäure erhalten.

Bezüglich des Platintiegels, so darf derselbe nicht unmittelbar zwischen die Kohlen gestellt werden, weil er durch den Kaligehalt derselben angegriffen wird, sondern muss in einem Tiegel von Gusseisen oder Thon stehen. Als Schmelzofen bediente ich mich eines ziemlich hohen, aus starkem Eisenblech gefertigten und mit Charmotteziegeln (feuerfesten Ziegeln) ausgesetzten Windofens.

Digitized by Google

Die Oeffnung wird mit einem über den Rand des Ofens genau passenden Deckel geschlossen; dabei hat der letztere in der Mitte ein rundes, nach innen umkrämptes Loch, in welches der Tiegel bequem hineinpasst, und ausserdem ist an einer Seite des Deckels ein 2″ weites und 18″ langes, nach oben hin etwas schrägauslaufendes Rohr aufgenietet. Beim Einhängen des Tiegels in den Ofen umschliesst man ihn mit einer runden, gut passenden und mit langen Handgriffen aus Stabeisen gefertigten Zange, und verschliesst dann die beiden Handgriffe derselben noch mit einem Charnir, so dass der Tiegel fest im Ofen hängt.

Will man das Platingefäss nicht direkt der Kohlenflamme aussetzen, dann stellt man ihn, wie bereits oben gesagt, in einen Tiegel von Gusseisen oder Thon, und füllt den Zwischenraum zwischen beiden mit reinem Quarzsand aus.

Jedoch hat man, wenn der Platintiegel frei über der Flamme hängt, also nicht unmittelbar mit den glühenden Kohlen in Berührung kommt, keine Corrosion desselben zu befürchten. Wohl aber hat man seine Aufmerksamkeit darauf zu richten, ob solche Geräthschaften auch aus reinem Material angefertigt worden sind. Ich habe über diesen Gegenstand einige Erfahrungen gesammelt, und dieselben seiner Zeit öffentlich mitgetheilt.[1])

Die geschmolzene oder glasige Phosphorsäure bildet spröde, durchsichtige und farblose Stücke, besitzt einen sehr sauren, nicht beissenden Geschmack, zieht an der Luft nach und nach Wasser an und zerfliesst zu einem Syrup. In Wasser und Weingeist muss sie sich sehr leicht und vollständig auflösen. Dieselbe ist zu prüfen auf Schwefelsäure, Kiesel- und Thonerde, Kalk, Ammoniak, Kupfer, Eisen, Zinn, Blei, Arsen und selbst auf Platin.

b. Bereitung der reinen Säure. (Acidum phosphoricum purum.)

In eine 18 bis 20 Quart-Retorte werden 12 Pf. reiner Salpatersäure zu 1,250 bis 1,270 sp. Gew. gegeben, dann lässt man 1 Pf. Phosphor in ganzen Stücken langsam in die Retorte hinunterrutschen, legt sie in die Sandkapelle, schiebt einen Kolben vor, ohne ihn zu verkitten, und unterhält so lange ein mässiges Feuer, bis der Phosphor durchaus verschwunden ist. Sobald gelbe

[1]) Buchner's Repertor. f. die Pharmacie, 1831. Bd. 39, S. 1.

Digitized by Google

Dämpfe in der Retorte sich zeigen, muss man das Feuer schwächen, entweder durch Vorziehen oder indem man Asche auf dasselbe wirft und die Heizthüre offen lässt, um dadurch zu verhüten, dass Phosphortheile auf die Oberfläche der Säure sich erheben, daselbst in Brand gerathen und dadurch ein Zersprengen der Retorte herbeiführen, und auch, dass Phosphorstückchen nicht mit in die Vorlage übergehen. Sollte wider Erwarten ein solcher Umstand eintreten, dann muss man die Retorte kalt werden lassen, die übergegangene Flüssigkeit sammt dem Phosphor in die Retorte zurückgeben und wieder von Neuem erhitzen. Bemerkt man in der Retorte keinen Phosphor mehr, dann wird ihr Inhalt in eine Glasschaale oder in eine Schaale von Platin entleert und im Sandbade unter stetem Umrühren mit einem Glasstabe, so lange erhitzt, bis sich keine sauren Dämpfe mehr entwickeln und die Flüssigkeit die Consistenz eines dicken Syrups erhalten hat. Nach dem Erkalten wird diese concentrirte Säure mit so viel destillirtem Wasser verdünnt, dass das Ganze an Gewicht 10 Pf. beträgt. Ihr spec. Gew. ist 1,160, und bei dieser Stärke enthält sie 10 % Phosphor, oder 23 % Phosphorsäure und 77 % Wasser.

Die aus dem Phosphor bereitete Säure, welche im aufgelösten Zustande eine farb- und geruchlose Flüssigkeit bildet, kann enthalten: Salpetersäure, Salzsäure, Schwefelsäure, phosphorige Säure, Kieselerde, Thonerde, Kalk und Metalle, besonders Arsen und Platin.

Chlorwasser.

$$Cl + xHO.$$

(Oxydirte Salzsäure, Dephlogistisirte Salzsäure; Chlorum aquosum, Acidum oxymuriaticum, A. muriaticum oxygenatum, A. salis dephlogisticatum, Aqua oxymuriatica; Chlore liquid., Acide muriatique oxygèné; Solution of chlorine, Chlorine water, Oxymuriatic acid.)

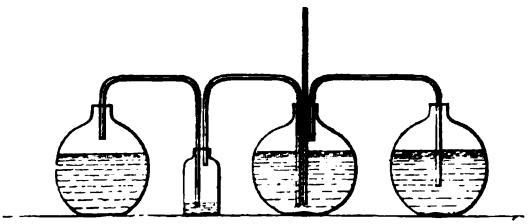
In früherer Zeit habe ich das Chlor aus Kochsalz, durch Braunstein und Schwefelsäure entwickelt, in den letzteren Jahren bediene ich mich zu dessen Darstellung einfacher und billiger der Salzsäure. Da man das Chlorwasser, im Verhältniss zum Chlorkalk, in sehr kleinen Quantitäten verlangte, zur Zeit höchstens

Digitized by Google

zu 100 bis 150 Quart, wurde die Entwicklung des Gases in Säureballons im Sandbade vorgenommen.

In einen (flach) im Sandbade stehenden Säureballon werden 4 bis 5 Quart gewöhnliches Wasser und 9 Pf. gröblich gepulverter Braunstein gegeben, darauf wird die Oeffnung desselben mit einer runden irdenen oder einer starken mit zwei Löchern versehenen Bleischeibe bedeckt. Durch eins der Löcher verbindet man mittelst einer Glas- oder Bleiröhre den Ballon mit einer kleinen Flasche, und diese wieder durch zwei zweischenklige Glasröhren mit zwei Säureballons; man lässt die Röhren durch durchbohrte Körke gehen. In die kleine oder Waschflasche bringt man $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$" hoch Wasser, damit die vom Entwicklungsgefäss geleitete Röhre etwas unter dem Wasser münde; in jeden der beiden, als Vorlagen dienenden Ballons werden zur Aufnahme des Chlorgases 116 Pf. oder 58 Quart destillirtes Wasser gegeben. Auf den Rand des Entwicklungsgefässes setzt man etwas eines sehr steifen Mehlbrei's auf und drückt die Thon- oder Bleischeibe auf denselben fest auf; die Waschflasche aber und die ihr zunächststehende Vorlage wird mit einem Kitt aus Mehlbrei und Gyps dicht gemacht und mit Blase oder Packleinwand verbunden, der letzte Ballon nur locker mit einer irdenen oder einer Glasscheibe bedeckt.

Fig. 41.



Nachdem der Apparat auf diese Weise zusammengestellt worden und das Klebwerk angetrocknet ist, werden durch einen Trichter 25 Pf. gewöhnlicher Salzsäure zu 21 bis 22° B. (= 1,169 bis 1,179 sp. Gew.) auf den im Entwicklungsballon befindlichen Braunstein gegossen, das Loch der Scheibe schnell mit einem Glas- oder Thonstöpsel verschlossen, ebenfalls mit Gyps-Mehlkitt verdichtet und mit Blase oder Packleinen verbunden. Jetzt wird gelindes Feuer gegeben, worauf die Gasentwicklung sogleich be-

Digitized by Google

ginnt, welche man so lange gleichmässig fortsetzt, bis in dem Wasser der Ballons keine Gasblasen mehr emporsteigen. Hierauf schneidet man das Klebwerk auf dem Entwicklungsgefässe etwas los, zieht den Stöpsel heraus, entfernt das Feuer und lässt die Heizthür offen.

Das in den beiden Vorlagen befindliche Chlorwasser wird in, in Körbe oder Holzkasten mit Heu eingepackte, Säureballons gegeben und gemischt, diese mit Thonstöpseln verschlossen und mit einem erwärmten Gemisch aus Schwefel und Ziegelsteinmehl, oder aus Pech und Schwerspathpulver bestehend, verkittet oder in Flaschen mit Glasstöpseln gefüllt, je nachdem die Verpackung es verlangt.

Das Chlorwasser muss an dunkeln Orten aufbewahrt werden, und bereitet man dasselbe im Winter, so hat man wohl darauf zu achten, dass das vorgeschlagene Wasser keine zu niedrige Temperatur erhalte, weil im entgegengesetzten Falle ein sich bildendes krystallinisches Chlorhydrat leicht die Röhren verstopfen kann.

Den im Entwicklungsgefässe verbliebenen Rückstand kann man auf Manganchlorür benutzen, und den überschüssigen Braunstein auswaschen und trocknen, um ihn bei Chlorentwicklungen mit zu verwenden.

Gesättigtes Chlorwasser, frisch bereitet, enthält in 1 Unze etwa 3 Gran Chlor, besitzt eine grünlichgelbe Farbe und einen höchst erstickenden Geruch. Verunreinigungen oder gar Verfälschungen dürften in demselben wohl nicht vorkommen, ausser, dass es verdorben und meistens in Salzsäure übergeführt worden sei. In diesem Falle riecht es nicht stark mehr nach Chlor, hat eine hellere Farbe als ihm zukommt, und Lakmuspapier wird nicht mehr gebleicht, sondern nur geröthet.

Digitized by Google

Salzsäure.

HCl + xHO.

(Chlorwasserstoffsäure, Hydrochlorsäure, Kochsalzsäure, Salzgeist; Acidum muriaticum, A. hydrochloricum, A. salis culinaris seu marini, Spiritus salis acidus; Acide hydrochlorique, A. muriatique, A. marin, Esprit de sel marin; Hydrochloric or muriatic acid, Spirit. of salt.)

Zur Darstellung der Salzsäure bedient man sich des Kochsalzes, in chemischen Fabriken, welche die Abfälle von Salinen benutzen, öfters auch des Chlormagnesiums. Die Zersetzung des Kochsalzes habe ich in gläsernen, in Galeerenöfen (in Kapellen) liegenden Retorten, in gusseisernen Retorten oder Cylindern und in Flammöfen *(sulphate-furnaces)* vorgenommen, die des Chlormagnesiums indess nur in Glasretorten.

A. Destillation in Galeerenöfen.

a. Aus Chlormagnesium. Das Chlormagnesium, in Fabriken schlechtweg salzsaure Magnesia genannt, wende ich im krystallisirten Zustande an.

Die Kochsalzmutterlauge, wie man dieselbe von den Salinen erhält, zeigt ein spec. Gew. von 1,230 bis 1,250 (= 28 bis 29° B.), ja sogar bis 1,333 (= 36° B.), je nachdem man mehr oder weniger auf die Koshsalzabscheidung bedacht gewesen ist. Um das Chlormagnesium daraus abzuscheiden, wird dieselbe in eisernen Pfannen langsam abgedampft, bis eine herausgenommene und erkaltete Probe 40 bis 42° B. = 1,387 bis 1,414 sp. G. zeigt, oder, sich an einem kalten Platze Krystalle abscheiden, und dann in ein in der Erde befindliches hölzernes (rundes oder ovales) Gefäss, welches an seinen Aussenseiten verthont ist, zur Krystallisation abgelassen. Auch kann die eingekochte Mutterlauge in hölzerne (mit Blei ausgelegte) Kasten zum Auskrystallisiren des Chlormagnesiums gebracht werden. Eine schnellere oder langsamere Abscheidung desselben in Krystallen ist von der Temperatur der Luft abhängig, zugleich aber auch von der grösseren oder geringeren Flüssigkeitsmenge. Ein Quantum von 20 bis 25 Cubik-Fuss eingekochter Mutterlauge von obenerwähnter Stärke krystallisirt, in flache etwa 10″ bis 12″ tiefe hölzerne Kasten gebracht, bei einer Lufttemperatur von 15 bis 16° C in etwa 40 bis 48 Stunden, während Mengen von 150 bis 200 Cubikfuss, und namentlich in in der Erde befindlichen verthonten Gefässen, einen Zeitraum von 6 bis 8 bis 10 Tagen erfordern. Nachdem die

Digitized by Google

Mutterlauge erkaltet, schlägt man das auskrystallisirte Chlormagnesium auf Körbe, welche man zum Abtröpfeln der anhängenden Lauge über die Krystallisirgefässe stellt. Die rückständige Lauge wird, entweder für sich oder unter Zusatz frischer Quantitäten von Mutterlauge langsam weiter eingedampft und der Krystallisation unterworfen u. s. f. — Das krystallisirte Salz wird, sobald die anhängende Lauge möglichst abgetropft ist, in Retorten gefüllt.

Die Retorten, deren man sich hier sowohl als auch bei der Zersetzung des Kochsalzes durch Schwefelsäure bediente, waren einfache (nicht tubulirte), sogenannte 20 bis 22 Quart-haltige, aus grünem Glase bereitet und sehr billig. Ingleichem waren die Vorlagen untubulirte; durch ein in den Bauch des Recipienten gebohrtes Loch kann derselbe mittelst Glasrohr ebensogut mit der Flasche, in welchem das Wasser zur Aufnahme des salzsauren Gases vorgeschlagen, verbunden werden, und man erspart an grösser Ausgabe für Tubulat-Kolben.

Ueber das Bohren von Löchern in Glas, ist bereits unter dem Artikel »kohlensaures Ammoniak« (S. 28) das Nähere gesagt worden, und über die Kapellen und den Galeerenofen bei Bereitung von »Salpetersäure« (S. 1) nachzulesen.

Fig. 42.

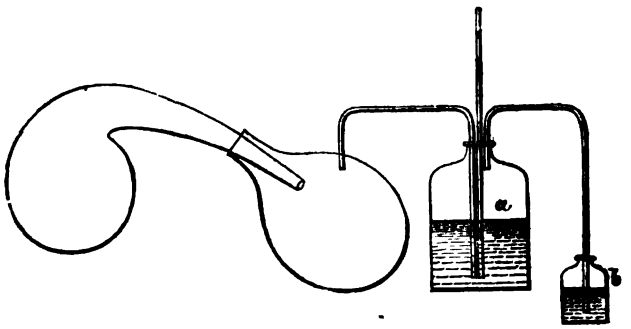
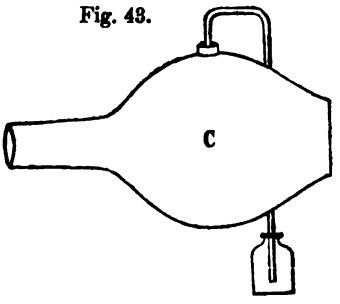


Fig. 43.



Nachdem in jede Retorte 20 bis 22 Pf. des krystallisirten Chlormagnesiums gebracht worden sind, werden sie etwas aufrecht in die Kapellen eingesetzt, worauf man mit dem Uebergiessen von Schwefelsäure beginnt; für jede 20 Pf. Salz werden 13 Pf. Säure zu 60° B. = 1,717 sp. G. gerechnet. Bei einem

Digitized by Google

zweireihigen Galeerenofen stellt man zwei Arbeiter an, deren jeder eine Seite beschickt und die Apparate zusammensetzt. Sobald die Säure durch einen etwas gekrümmten Trichter von Steingut oder Blei in die Retorte gegeben ist, wird der Hals derselben von etwa anhängendem Chlormagnesium und Schwefelsäure mit Papier oder altem Zeug ausgerieben und dann schnell die Vorlage vorgeschoben, worauf man die vorher schon mit destillirtem Wasser beinahe zu $\frac{2}{3}$ gefüllte und mit beiden zweischenkligen Glasröhren und Sicherheitsrohr versehene Glasflasche mit der Vorlage verbindet. Als Lutum bedient man sich eines steifen, mit etwas gepulvertem Thon versetzten Mehlkleisters, mittelst welchem man, auf Papier gestrichen, Retorte und Vorlage und auch die in letztere mündende Glasröhre verklebt. Sind sämmtliche Apparate auf diese Weise beschickt und zusammengesetzt, dann gibt man zuerst ein schwaches Feuer, welches nach und nach verstärkt wird. Man kann Holz- oder Steinkohlen, jedes einzeln für sich, brennen; besser ist's jedoch, bei dieser Art von Oefen, Kohlen als Hauptbrennmaterial, und nebenbei etwas Holz zu verwenden.

Nachdem die Inhalte der Retorten ziemlich durchwärmt, geht die Entwickelung des salzsauren Gases sehr lebhaft von statten, es wird die Flasche a sehr warm werden, und deren Inhalt färbt sich häufigst röthlich bis zum Hellbraunen, welches von Brom herrührt. Dem durch Krystallisation aus der Mutterlauge abgeschiedenen Chlormagnesium hängt meistens eine Bromverbindung (Brommagnesium) an, und es wird während der Operation Bromwasserstoffsäure gebildet, welche sich momentan wieder zersetzt, wobei Brom abgeschieden wird. Wenn man nun bemerkt, dass die Flasche a warm zu werden beginnt, schiebt man die Flasche b vor, die zur Hälfte mit destillirtem Wasser gefüllt ist und, um sie leichter wegziehen zu können, etwas tiefer zu stehen kommt. In dieser wird das Brom nebst salzsaurem Gase von dem Wasser absorbirt werden, und, sollte im Laufe der Operation dasselbe gesättigt sein und gleichfalls seine röthliche Farbe verlieren, was, da auch diese Flasche oft warm wird, nicht selten der Fall ist, so nimmt man sie weg und setzt eine andere zur Hälfte mit destillirtem Wasser gefüllte vor. Sobald die Entwickelung des salzsauren Gases aufhört, welches leicht zu erkennen, werden die Apparate dergestalt auseinander genommen, dass man sämmtliche Flaschen nebst Röhren, und auch die Vorlagen entfernt und zum Abkühlen bei Seite stellt, worauf man Vorlage c aus Thon ge-

Digitized by Google

brannt, an die Retorte schiebt und beide mit feuchtem Thon verklebt. Es wird jetzt stärkeres Feuer gegeben und so lange unterhalten, bis die Retorteninhalte noch etwas dickbreiig erscheinen, worauf man alles Feuer von den Heerden entfernt und dann, nach einer halben Stunde etwa, die Thüren öffnet, um die Oefen abzukühlen. Den andern Tag werden die Retorten herausgehoben, deren Inhalte mit Wasser aufgeweicht und in ein passendes hölzernes Gefäss gegeben, in welchem die saure Flüssigkeit durch Magnesiahydrat oder durch Abfälle von kohlensaurer Magnesia neutralisirt wird, um sie auf Bittersalz zu benutzen. Bei einiger Vorsicht kann man die Retorten mehrmals gebrauchen.

Die Flüssigkeiten in den Flaschen a und b werden, jede einzeln für sich, auf Schwefelsäure, schweflige Säure, Chlor, Brom u. s. w. durch Chlorbaryum, Schwefelwasserstoffwasser, Gold u. s. w. geprüft und, wenn sie aus der Prüfung als reine Salzsäure hervorgehen, zu einem sp. G. = 1,130 oder 17 ° B. mit destillirtem Wasser gemischt. Das Destillat in der gläsernen Vorlage hat meistens eine nur gelbliche oder hellgelbe Farbe; sie wird auf Schwefelsäure geprüft und wenn, wie es in der Regel der Fall, sie sich frei davon zeigt, wird sie in der Fabrik, unter der Bezeichnung »Salzsäure Nr. 3 oder 4« zur Seite gesetzt, zur Präcipitation von Schwefelmilch und für andere Zwecke benutzt. Der Inhalt der irdenen Vorlagen wird, seines Schwefelsäure-Gehalts wegen, der ordinären aus Cylindern gewonnenen Säure beigegeben.

400 Pf. krystallisirtes Chlormagnesium,
260 Pf. Schwefelsäure zu 60° B.,
38 Pf. (getrocknetes) Magnesiahydrat,
3 Retorten zerbrochen,
$\frac{3}{4}$ Tonnen oder 3 Berliner Schffl. Braunkohlen } zur Destillation,
$\frac{1}{4}$ Klafter Kiefernholz }
2 Tonnen oder 8 Berl. Scheffel Steinkohlen, zum Bittersalz,
7 Schicht Arbeitslohn.

Erhalten:

229 Pf. reine Salzsäure zu 1,130 sp. G.,
240 Pf. Salzsäure Nr. 4 zu 1,155 sp. G.,
48 Pf. rohe Salzsäure zu 1,180 sp. G.,
450 Pf. rohes Bittersalz.

Digitized by Google

b. Aus Chlornatrium. Um Salzsäure durch Zersetzung des Kochsalzes mittelst Schwefelsäure in Glasretorten zu gewinnen, wird ebenso verfahren wie bei der Zersetzung des Chlormagnesiums angegeben worden ist, nur mit dem Unterschiede, dass man gleiche Theile Kochsalz und Schwefelsäure zu 60 ° B. anwendet, für jede Retorte von 18 bis 20 Pfund Kochsalz und eben so viel Schwefelsäure.

Bei der Zersetzung beider Salze in gläsernen Retorten ist man in chemischen Fabriken nur darauf bedacht, eine reine Salzsäure zu gewinnen, während man bei Zersetzung des Kochsalzes in eisernen Cylindern, und namentlich in Flammöfen, die rohe Salzäure nur als Nebenprodukt betrachtet, und sein Hauptaugenmerk auf das wasserfreie, schwefelsaure Natron *(Salt-cake; Sulfate de soude des cylindres)* richtet.

B. Destillation in Cylindern.

Die eisernen Cylinder werden mit einem System irdener Vorlagen verbunden, wie bereits bei Bereitung der Salpetersäure (S. 4) angegeben worden ist. Das Verfahren des Beschickens der Cylinder ist ganz das dort beschriebene, jedoch das Verhältniss des Kochsalzes zur Säure ein anderes als das des Salpeters zur Säure; auch werden bei der Destillation der Salzsäure für jeden Cylinder 5 bis 6 und, sind die Cylinder sehr gross, mehr Vorlagen genommen, und die Krüge- oder Vorlagen-Reihen von mindestens drei Cylinder-Paaren durch gekrümmte irdene Röhren unter einander verbunden, so dass nur der eine Tubus der letzten Flasche offen bleibt. Jede erste Flasche (die dem Cylinder am nächsten) bleibt leer, damit etwa mit fortgerissenes Glaubersalz und Schwefelsäure, welche das salzsaure Gas verunreinigen, sich daselbst absetzen, die anderen werden zu $\frac{1}{3}$ bis knapp zur Hälfte mit Wasser gefüllt. Die Salzsäure in den vorderen Vorlagen erreicht eine Stärke von 21 bis 22° B., die in den hinteren wird bei den nächsten Operationen zum Auffüllen der anderen verwendet.

Während die Arbeiter die Feuerung der im Betriebe befindlichen Cylinder beaufsichtigen, entleeren sie zugleich die Tags vorher abgefeuerten 3, 4, 5 bis 6 Cylinderpaare von Glaubersalz *(Salt-cake)*, füllen dieselben wieder mit Kochsalz, zapfen die erhaltene Salzsäure auf Ballons, schlagen in den Vorlagen schwache

Digitized by Google

Säure oder Wasser vor, und treffen überhaupt die Vorbereitungen für den nächsten Tag, und so fort. Die Verhaltungsmaassregeln bei dem Verkitten der Vorlagen, der Cylinder u. s. w., deren bei der Bereitung der Salpetersäure gedacht worden, gelten auch hier.

In Betreff der Feuerung ist zu bemerken, dass dieselbe zuletzt bis zum lebhaften Rothglühen gesteigert werden muss, um das Salz zu zersetzen, und dennoch enthält das gewonnene Glaubersalz, neben freier Schwefelsäure und Eisenoxyd, stets einen Hinterhalt von unzersetztem Kochsalz. Wollte man die Temperatur so hoch bringen und so lange unterhalten, um auch diese letzten Antheile zu zersetzen, dann würde man Gefahr laufen, die eisernen Cylinder theilweise zu schmelzen. Enthält das doppeltschwefelsaure Natron geringe Mengen von Kochsalz, so schadet das nicht so sehr, da dasselbe meistens zur Darstellung von kohlensaurem Natron verwendet und überdies im Flammofen zum Theil noch zersetzt wird, und man eine geringe Menge Kochsalz im calcinirten kohlensauren Natron gern entschuldigt.

Die bei Destillation der Salzsäure in Cylindern angestellten Leute arbeiten meistens im Tagelohn, oft gibt man ihnen aber auch diese Arbeit — wie manche andere, wo es sich thun lässt — in Akkord, und für das Cylinderpaar so und so viel; in Amerika natürlich mehr als in Deutschland, was sich übrigens auch im letztern Lande nach den Lokalitätsverhältnissen richtet. Dieselben haben dafür nicht nur das Füllen der Cylinder, die Destillation, das Ausbringen und Wiegen des Glaubersalzes, das Einpacken der Ballons in Körbe oder Holzkasten *(Carboy's)*, das Mischen, Auffüllen und Wägen der Salzsäure und das Verkitten und Verpichen der Ballons, sondern auch alle anderen, dabei vorkommenden Arbeiten zu besorgen.

Jeder Cylinder, von derselben Länge und Durchmesser wie diejenigen, welche bei dem Artikel »Salpetersäure« beschrieben wurden, wird mit 250 Pf. Kochsalz und eben so viel Schwefelsäure zu 60° B. beschickt. Grössere Cylinder wurden mit je 500 Pf. von beiden Substanzen geladen.

Erhalten 4,395 Pf. Salzsäure zu 21 bis 22° B. und 3,650 Pf. Glaubersalz (*Salt-cake*) von

Digitized by Google

3000 Pf. Kochsalz,
3000 Pf. Schwefelsäure zu 60° B.,
1500 Pf. Steinkohlen,
$\frac{1}{16}$ Klafter Nadelholz,
7 Arbeitslöhne,
Interessen und Abnutzung der Geschirre 10 bis 15 %.

Was C. die Destillation in Flammöfen betrifft, so geschieht die Behandlung des Kochsalzes mit Schwefelsäure in diesen weniger wegen Gewinnung von Salzsäure, sondern hauptsächlich um Glaubersalz für die Bereitung von Soda zu erhalten; wesshalb weiter unten bei dem schwefelsauren Natron ausführlicher davon die Rede sein wird.

Jodwasserstoffsäure.

HJ + xHO.

(Hydrojodsäure, Hydrojodinesäure; Acidum hydrojodicum, A. hydrojodinicum; Acide hydriodique; Hydriodic acid.)

Ein halbes Pfund Jod und 3 Pf. destillirtes Wasser werden in einen hohen 2 bis $2\frac{1}{2}$ Quart fassenden Glascylinder gegeben, und, wenn auch nicht unter stetem, doch unter öfterem Umrühren mit einem Glasstabe, so lange Schwefelwasserstoffgas hineingeleitet, bis die Flüssigkeit vollkommen entfärbt ist. Den während der Operation ausgeschiedenen und in Klumpen zusammengebackenen Schwefel muss man öfters herausnehmen und zerbröckeln, damit dem im Innern der Klumpen eingeschlossenen noch freien Jod mehr Berührungspunkte für das Schwefelwasserstoffgas dargeboten werden können.

Um $\frac{1}{2}$ Pf. Jod auf diese Weise mit Wasserstoff zu verbinden, wurden, das eine Mal $\frac{5}{8}$ Pf. Schwefeleisen und $4\frac{3}{8}$ Pf. verdünnte Schwefelsäure verbraucht, und in anderen Malen $\frac{3}{4}$ Pf. des ersteren und 5 bis $5\frac{1}{4}$ Pf. der letzteren. Das Gas wird, wie bei Bereitung des Schwefelwasserstoffwassers und des hydrothionsauren Ammoniaks, in einer Flasche mit Wasser gewaschen.

Digitized by Google

Die erhaltene trübe Flüssigkeit wird schnell filtrirt und in einer porcellanenen Schaale zum Kochen erhitzt, um den überschüssigen Schwefelwasserstoff auszutreiben, dann, wenn nöthig, filtrirt und in einer gutschliessenden Stöpselflasche aufbewahrt.

Eine auf die vorstehende Weise bereitete Jodwasserstoffsäure bildet eine farblose Flüssigkeit von saurem Geschmack und stechend saurem Geruch, und kann keine Verunreinigung enthalten. Dieselbe wird aber, wenn die Gefässe nicht ganz damit angefüllt sind, oder, wenn sie durch Oeffnen der letzteren mit der atmosphärischen Luft zu oft in Berührung kommt, partiell zersetzt und Jod wird frei, wodurch sich die Säure hellgelb färbt und nach und nach die tieferen Nüancen des Gelb durchgeht bis zum Hellbraunen.

Kann man das angefertigte Quantum nicht auf einmal abgeben und glaubt man, dasselbe zu verschiedenen Malen versenden zu müssen, dann thut man besser $\frac{1}{4}$ oder $\frac{1}{2}$ Pf.-Stöpselflaschen mit der Säure zu füllen, dieselben mit Wachs zu verkitten und mit Blase zu verbinden.

Brom.

Br.

(Bromum; Bróme; Bromine.)

Brom habe ich in ansehnlichen Mengen aus Kochsalzmutterlaugen abgeschieden.

Salzsoolen, welche in der Nähe von Gypslagern gepumpt werden, geben eine Mutterlauge, die ich, der grössten Menge an festen Bestandtheilen nach, aus Chlormagnesium nebst etwas Brommagnesium bestehend, gefunden habe, oftmals ganz frei von Chlorcalcium, oder, im Verhältniss zum Chlormagnesium, doch nur wenig enthaltend. Dahin gehören — so viel mir bekannt — alle Salzsoolen Deutschlands, sowie die des Onondaga-Bezirks im Staate New-York. Die Soolwasser West-Pennsylvaniens aber, so-

Digitized by Google

wie die des Ohio-Thales und seiner kleineren Fluss-Thalverzweigungen, hinterlassen, nach Abscheidung des Kochsalzes, eine Mutterlauge, welche an festen Bestandtheilen, der grössten Menge nach aus Chlorcalcium bestehen, so dass manche solcher Laugen etwa $\frac{3}{4}$ davon und nur $\frac{1}{4}$ Chlormagnesium, wieder andere $\frac{2}{3}$ des ersteren und $\frac{1}{3}$ des letzteren enthalten.

Wenn die Mutterlaugen jener Soolen, die zu der ersten Kategorie gehören, im Ganzen weniger Brom enthalten, als die der Staaten Pennsylvanien, Ohio und West-Virginien, so ist ihr Jodgehalt oft so gering, dass derselbe sich kaum durch Stärkekleister und Salpetersäure oder durch Palladiumchlorür und in manchen sich gar nicht nachweisen lässt; wiewohl ich fest überzeugt mich halte, dass dennoch auch in solchen Spuren davon enthalten sind, für welche geringen Mengen unsere gegenwärtigen Reagentien noch nicht empfindlich genug sein dürften. Die Kochsalzmutterlaugen der letzgenannten drei Staaten Nord-Amerika's enthalten mehr Brom und Jod, als mir bis jetzt in solchen Rückstandsflüssigkeiten vorgekommen ist.

Jene Mutterlaugen, welche wenig oder gar kein Chlorcalcium enthalten, habe ich Behufs Bromabscheidung so weit eingekocht dass eine erkaltete Probe 40 bis 42 ° B. zeigte, und dann einen grossen Theil des Chlormagnesiums herauskrystallisiren lassen, welches, wie S. 96 angegeben, zur Darstellung reiner Salzsäure benutzt wird. Durch ein weiteres langsames Eindampfen concentrirt man die rückständige Lauge noch mehr, und sucht nach dem Erkalten abermals salzsaure Magnesia auskrystallisiren zu lassen. Die hierbei verbliebene Lauge wird in einer bleiernen Blase mit Braunstein und Schwefelsäure behandelt. Nachstehende Zeichnung versinnlicht den dazu dienenden Apparat.

Digitized by Google

Fig. 44.

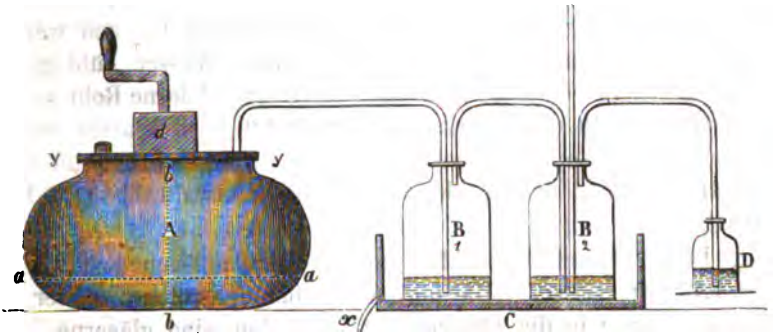


Fig. 45.

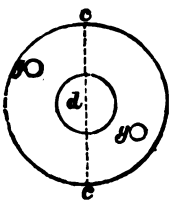
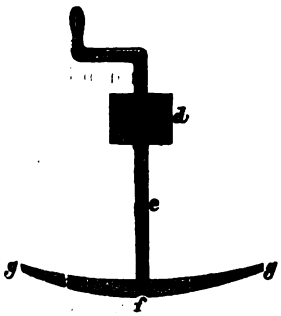


Fig. 46.



A Die bleierne Blase, aus Bleiplatten oder gewalztem Blei (der Quadratfuss 14 bis 16 Pf. schwer), mittelst des Richemont'schen Gaslöthrohrs mit Blei gelöthet. Durchmesser von a bis a = 36″; Tiefe im Centrum von b bis b = 18″; Weite des Deckels von c bis c = $21\frac{3}{8}$″; Weite der Doppelhülse d = $8\frac{1}{4}$″; Höhe der Doppelhülse oder geschlossenen Kapsel (Wasserlutum, *Waterlut*) = $6\frac{1}{4}$″; Durchmesser der inneren Hülse $2\frac{7}{8}$″ und Durchmesser der äusseren Hülse $5\frac{3}{8}$″. — Der Agitator e ist eine runde mit Blei überzogene Eisenstange mit den bleiernen Flügeln g — g; dieselbe hat bei f eine geringe Vertiefung, durch welche sie auf einem im Mittelpunkte des Bodens der Blase angebrachten abgerundeten Eisenknopfe ruht. Der Deckel c — c hat zwei durch Blei angegossene eiserne Griffe, um ihn aus der Mündung der Blase bequemer herausnehmen zu können; y und y sind zwei kurze Röhren, die eine zur Aufnahme der Gasleitungsröhre bestimmt, die andere, um die Schwefelsäure in die Blase zu giessen.

Digitized by Google

B B sind zwei gläserne Vorlagen mehr hoch als weit; sie stehen in einem mit Blei ausgelegten hölzernen Kasten C, und werden während der Destillation durch zufliessendes Wasser kühl gehalten, welches in demselben Strahle durch das bleierne Rohr x wieder abläuft. In der Flasche B 1 wird $\frac{1}{4}$" hoch Wasser vorgeschlagen so, dass die irdene oder bleinere Röhre eben unter demselben mündet, und in der Flasche B 2 etwa 1 bis $1\frac{1}{4}$" hoch Wasser.

In der Flasche D schlägt man Aetzkaliauflösung zu 19° B. = 1,159 sp. G. vor. Die übrigen Verbindungsröhren, ausser der von der Blase in die Flasche B 1 führenden, sind gläserne.

Nachdem der Apparat zusammengesetzt ist, werden durch den offen gebliebenen Tubus des Deckels 400 Pf. (10 Eimer) der concentrirten Mutterlauge und 15 Pf. Braunstein in die Blase gegeben, und wenn mit dem Agitator gut durchgerührt, setzt man 15 Pf. Schwefelsäure zu 60° B. hinzu, verschliesst den Tubus mit einem Bleistöpsel, verdichtet mit Thon, umwickelt und verbindet mit Packleinwand. Es erfolgt augenblicklich schwache Entwicklung von dunkelrothen Dämpfen, welche durch zeitweiliges Umrühren der Masse und durch gelindes Feuer vermehrt werden, und man erhitzt so lange, als noch rothgefärbte Dämpfe übergehen. Sobald dieselben heller erscheinen, unterbricht man die Operation, entfernt das Feuer und lüftet den Bleistöpsel; denn es ist besser eine geringe Menge Brom durch diesen Ausweg zu verlieren, als (zu viel) Bromchlorid in den Vorsetzflaschen zu erzeugen.

Das Brom, welches sich in den beiden ersten Flaschen unter dem Wasser gesammelt hat, sucht man in einem gut zu verschliessenden Scheidetrichter möglichst von dem überstehenden Wasser zu befreien. Dieses bromhaltige Wasser wird mit der in der 3. Flasche vorgeschlagenen Aetzkaliauflösung, wenn dieselbe noch stark alkalisch reagirt, vermischt, bis zu 18 oder 19° B. im Sandbade eingedampft, und kann bei der nächsten Destillation in der 3. Flasche wieder vorgeschlagen werden. Wenn dieselbe nach mehreren Operationen nur noch schwache alkalische Reaction zeigt, wird sie im kleinen (tiefen) eisernen Kessel zur staubigen Trockne eingedampft, das Salz fein gerieben und mit $\frac{1}{8}$ seines Gewichts gepulverter Holzkohle vermengt. Während des Zerreibens und Mischens des Salzes mit der Kohle hat man den Kessel bis zur Rothglühhitze gebracht, und trägt dann das Ge-

Digitized by Google

menge nach und nach löffelweise in denselben ein. Sobald die letzte Portion verpufft ist, bedeckt man den Kessel mit einer Eisenplatte und glüht die Masse noch ¼ Stunde hindurch, worauf man dieselbe mit einem eisernen Löffel heraus nimmt und auf eine reine Eisenplatte zum Erkalten ausbreitet. Das Feuer wird entfernt, die Heizthüre etwas geöffnet, und wenn sich der Kessel so weit abgekühlt hat, dass man keine Gefahr läuft, ihn zu zersprengen, so bringt man etwa das dreifache Gewicht (der erkalteten Masse) destillirtes Wasser in denselben und darauf diese selbst hinein. Sobald die Masse aufgelöst ist, filtrirt man die erhaltene Flüssigkeit und benutzt sie durch Abdampfen und Auskrystallisiren auf Bromkalium. Aus der letzten Mutterlauge kann, wenn man nach und nach eine entsprechende Menge davon gesammelt hat, das Brom in einer Glasretorte durch etwas Braunstein und Schwefelsäure abgeschieden werden.

Das in dem Scheidetrichter möglichst von Wasser befreite Brom wird bei höchst gelinder Wärme in einer Glasretorte einer langsamen Destillation über geschmolzenes und gröblichgepulvertes Chlorcalcium unterworfen.

Ich habe gefunden, dass es besser ist, auf einmal eine nicht zu grosse Menge Brom über Chlorcalcium zu rectificiren, nicht mehr als 4 bis 5 Pf. in jeder Operation; für jedes Pfund Brom habe ich ¼ Pf. geschmolzenen salzsauren Kalk angewandt, wiewohl man bei der Menge desselben sich immer nach der Wassermenge richten muss, die man zu entfernen hat.

In eine untubulirte 16 bis 18 Quart-Retorte werden durch eine bis fast auf den Boden desselben reichende weite Papier- oder Papprolle oder durch eine weite, trockne Glasröhre 20 Unzen geschmolzenes und gröblichzerstossenes Chlorcalcium, und darauf durch einen langen, tief in die Retorte hinabreichenden Glastrichter 5 Pf. des zu rectificirenden Broms gegeben. Man legt die Retorte in's Sandbad und schiebt schnell einen Tubulat-Kolben vor, in dessen Tubulus der kurze Schenkel einer zweischenkligen Glasröhre durch einen gutschliessenden Korkstöpsel gesteckt wird; den längeren lässt man dicht über einer, in einer nicht zu weiten Glasflasche befindlichen schwachen (etwa 10° starken) Aetzkaliauflösung münden, so dass derselbe eben die Flüssigkeit berührt. Die Fugen zwischen Retorte und Kolben und der Tubus des letzteren werden mit Mehlbrei und Gyps verkittet und mit Blase überbunden. Die Vorlage umgibt man mit Schnee

Digitized by Google

oder Eis; in Ermangelung beider hält man durch ununterbrochenes Zulaufen von Wasser dieselbe so kalt als nur immer möglich, zu welchem Zweck man wohl thut, auf die Vorlage doppelt oder dreifach zusammengelegte und vorher angefeuchtete leinene Tücher zu legen. Bei einer gelinden Wärme und der gehörigen Abkühlung geht die Arbeit ganz gut von statten; jedoch ist's nöthig, die Destillation nicht bis zur Trockne zu treiben. Nach Beendigung derselben entfernt man sämmtliches Feuer, lässt die Heizthüre offen und setzt die Flasche mit der Aetzkaliflüssigkeit etwas tiefer, damit nichts von derselben zurück in den Kolben treten kann; die Oeffnung der Glasröhre verschliesst man, sollte Bromdampf in derselben bemerkbar sein, mit etwas Wachs, und lässt noch eine Zeitlang Wasser auf die Vorlage laufen, oder im Schnee oder Eise liegen. Sobald die Dämpfe in der Vorlage sich zumeist verdichtet haben, wird dieselbe abgenommen und das Brom, bei 1, 2 oder 4 Unzen, in Gläser mit gut eingeriebenen Glasstöpseln, oder wie man es für angebracht erachtet, abgewogen und, wenn man will, eine Kleinigkeit destillirtes Wasser auf das Brom giessen. Beim Ausgiessen grösserer Quantitäten von Brom, sowie beim Abwiegen in kleine Gefässe hat man sich sehr vor dem Einathmen desselben in Acht zu nehmen, auch greifen seine Dämpfe die Augen sehr an. Die Gläser werden mit einem Gemisch von Wachs und Colophonium verdichtet und mit Blase oder Leder verbunden.

Von den in Arbeit genommenen 400 Pf. concentrirter Mutterlauge erhielt man $\frac{1}{2}$ Pf. reines Brom, welches ein sp. G. = 2,966 zeigte, und $\frac{1}{8}$ Pfund Bromkalium; hätte man dasselbe weiter auf Brom verarbeitet, dann würde man von den angewandten 400 Pf. Mutterlauge etwa 9 bis $9\frac{1}{4}$ Unze Brom erhalten haben.

Ist man, was bei einer unvorsichtig durchgeführten Destillation vorkommen kann, genöthigt, fast alles Brom an Aetzkali zu binden und das erhaltene Bromkalium mit Kohle zu glühen, und zersetzt man die erkaltete Masse, ohne sie vorher wieder in Wasser aufgelöst und zur Trockne abgeraucht zu haben, gleich durch Braunstein und Schwefelsäure (Salzsäure), dann erhält man, ausser Brom, eine gelblichgefärbte, oft farblose, ätherartig riechende Flüssigkeit, von süsslichem Geschmack, welche leichter ist als Brom, aber um ein Bedeutendes schwerer als Wasser, aus Brom und Kohlenstoff besteht, und in manchen Fabriken, fälschlich, mit dem Namen »Bromalkohol« bezeichnet wird. Ich hatte Gelegen-

Digitized by Google

heit, derartige Missgriffe — obenerwähnte kohlige Masse direkt durch Braunstein und Schwefelsäure zu zersetzen — in einer bekannten Fabrik Deutschlands zum Oeftern zu beobachten.

Von 720 Pf. concentrirter Mutterlauge, 27 Pf. Braunstein und 40 Pf. Schwefelsäure zu 52 ° B. (Kammersäure) resultirte durch eine nicht gut geleitete Operation ein Präparat, welches man einer Behandlung wie vorhin erwähnt, unterwarf. Durch nochmalige Destillation mit Braunstein und Schwefelsäure erhielt man $1\frac{1}{3}\frac{1}{7}$ Pf. Brom und $\frac{3}{7}\frac{}{6}$ Pf. jenes (sogenannten) Bromalkohols. In einer anderen Campagne wurden von 7760 Pf. concentrirter Mutlauge $14\frac{1}{4}$ Pf. reines verkäufliches Brom erhalten, so dass, und wie auch die übrigen Produktionen bewiesen, die Ausbeute im Mittel sich niemals höher als zu $\frac{5}{3}\frac{}{2}$ pCt. von der angewandten concentrirten Mutterlauge herausstellte.

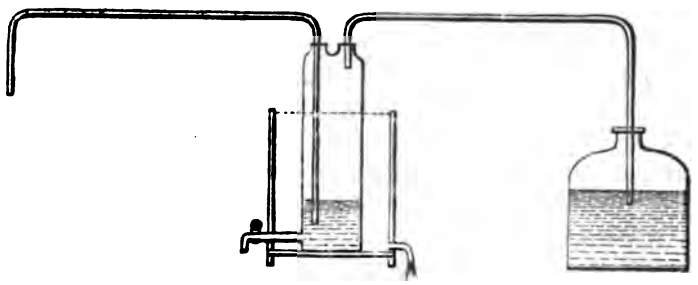
In späterer Zeit habe ich das Brom auf folgende Weise aus der Kochsalzmutterlauge abgeschieden.

Ich entwickelte in einem, aus einem Stück gearbeiteten, Sandsteingefässe aus Braunstein und Salzsäure Chlor, unterstützt durch Dampf, den ich in einem bleiernen Rohre durch das Gemisch leite. (Die Sandsteingefässe werden, ehe man sie überhaupt in Gebrauch nimmt, ausserhalb einigemal mit einem warmen Gemisch von Steinkohlentheer, Colophonium und feingesiebtem Sand oder mit Asphaltcement bestrichen.) Das Chlorgas wird durch ein bleiernes Rohr in eine bleierne oder gläserne Waschflasche geführt, und von da tritt dasselbe ebenfalls durch ein Bleirohr in ein grosses ausgehauenes Sandsteingefäss, in welchem es die zu zersetzende 39 bis 40grädige Mutterlauge vorfindet. Auch durch die Mutterlauge wird in einer gekrümmten bleiernen Röhre Wasserdampf geleitet, doch wird deren Temperatur nicht höher gebracht als von 45 bis zu 50° C. — Von hier aus wird das in Freiheit gesetzte Brom durch ein $\frac{1}{2}$" bis $\frac{3}{4}$" weites Glasrohr in den einen Tubus einer zweihalsigen hohen und dabei engen Woulf'schen Flasche geleitet, so dass das Rohr fast bis zum Boden in dieselbe hinabreicht. Diese Flasche, bestimmt zum Verdichten der Bromdämpfe, hat etwas über dem Boden einen eingeschmirgelten Glashahn zum Ablassen des Broms, und steht in einem mit Blei ausgelegten Holzkasten, in welchem man die Flasche mit Schnee oder Eis umgibt, oder durch stets zulaufen-

Digitized by Google

des Wasser kalt erhält. In dem andern Tubus der Flasche wird ein anderes zweischenkliges Glasrohr befestigt, welches die, meistens geringen, nicht verdichteten Bromdämpfe in eine andere nicht verschlossene Flasche führt, in welcher 18 bis 19 grädige Aetzkaliauflösung vorgeschlagen ist, und in welche man das Rohr etwa nur $\frac{1}{8}$" hineinreichen lässt.

Fig. 47.



Es ist gut, nicht mehr Chlorgas — eher weniger — in die Mutterlauge zu leiten, als nöthig ist, die in derselben enthaltene Bromverbindung zu zersetzen, weil im entgegengesetzten Falle gar leicht ein Brom erhalten wird, dem Bromchlorid anhängt. Hat man sich auf analytischem Wege von dem Bromwerthe seiner Mutterlauge unterrichtet, dann ist das Verhältniss des Chlors, welches zur Zersetzung erforderlich, leicht zu ermitteln; jedoch thut man immer besser etwas weniger Salzsäure neben dem Braunstein anzuwenden.

Zur Zersetzung der in 1000 Pf., zu 39 bis 40° B. eingekochten Mutterlage von den Salinen West-Pennsylvaniens enthaltenen Bromverbindung, habe ich 10 Pf. Salzsäure zu 19° B. = 1,150 sp. G. und 4½ Pf. gröbliches Braunsteinpulver unter Zusatz von 3 bis 5 Pfund Wasser angewandt, und 5 Pfund Brom erhalten, d. i. ½ Procent.

Digitized by Google

Bromwasserstoffsäure.

$$HBr + xHO.$$

(Hydrobromsäure; Acidum hydrobromicum; Acide hydrobrômique; Hydrobromic acid.)

Diese Säure wurde selten verlangt und, auf Bestellung, nur in geringen Mengen angefertigt.

Ein Viertel-Pfund Brom wird mit 1½ Pf. destillirtem Wasser in einem Glascylinder übergossen und so lange Schwefelwasserstoffgas hineingeleitet bis die Flüssigkeit entfärbt ist. Im Uebrigen wird ebenso verfahren, wie bei Bereitung der Jodwasserstoffsäure angegeben worden ist.

Die Hydrobromsäure bildet eine farblose Flüssigkeit, welche sehr sauer schmeckt, sie löst Eisen, Zink, Zinn unter Entwicklung von Wasserstoffgas auf, wird durch Chlor und durch Salpetersäure zersetzt; die concentrirte Säure raucht an der Luft. Sorgfältig bereitet, kann diese Säure keine Verunreinigung enthalten; ausser wenn chlorhaltiges Brom angewandt wurde, enthält sie Salzsäure; sie muss in Stöpselflaschen aufbewahrt werden, die man verpicht und mit Blase verbindet.

Borsäure.

$$BO_3 + 3HO.$$

(Boraxsäure, Boronsäure, Homberg's Sedativsalz; Acidum boricum, A. boracicum, Sal sedativum Hombergi, Sal volatile vitrioli narcoticum; Acide borique, A. boracique; Boracic acid.)

25 Pf. destillirtes Wasser werden im silbernen Kessel bis nahe zum Kochen erhitzt (bei der Darstellung kleiner Mengen Säure bedient man sich einer porcellanenen Schaale) und dann 10 Pf. Borax unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel darin aufgelöst. Die Auflösung wird in einen, an einem kühlen Platze stehenden, Steintopf filtrirt und in dieselbe 7½ Pf. reine Salzsäure von 1,130 Eigengewicht gegossen. Nachdem die Flüssigkeit mit einem Glasstabe umgerührt, lässt man sie zwei Tage hindurch

Digitized by Google

unangerührt stehen. Die ausgeschiedenen Krystalle werden auf einem grossen Glastrichter gesammelt, dessen Röhre man von oben mit einem Glasstöpsel locker verschlossen hatte; man drückt sie etwas zusammen, wäscht mit wenig destillirtem Wasser ab und trocknet sie.

Hiernächst werden 18 Pf. destillirtes Wasser im silbernen Kessel bis zum Kochen erhitzt, und gibt man dasselbe nach und nach auf die in einer grossen irdenen Satte (Schüssel) befindliche Säure. Nach vollständigem Auflösen der Säure lässt man die Schaale noch kurze Zeit im Sandbade stehen, worauf sie zum Krystallisiren an einen kalten Ort gestellt wird. Die erhaltenen Krystalle werden wie vorhin im Trichter gesammelt, und die rückständige Lauge wird zu weiterer Krystallbildung im Sandbade eingeengt. Sämmtliche Krystalle werden getrocknet und in einer Glasflasche aufbewahrt. Von 10 Pf. Borax wurden $4\frac{1}{2}$ Pf. reine Boraxsäure erhalten. Die allerletzte oder die Mutter-Lauge wurde der rohen Boraxlauge beigegeben.

Boraxsäure krystallisirt in weissen, perlmutterglänzenden Schuppen, welche sich fettig anfühlen; sie schmeckt wenig sauer, mehr bitterlich, löst sich in 25 Th. kaltem und in 3 Th. siedendem Wasser, und in 6 Th. Weingeist von mittlerer Temperatur, die geistige Auflösung brennt mit grüner Flamme. Die Säureauflösung röthet Lakmuspapier und bräunt das Curcumapapier. Diese Säure ist feuerbeständig und schmilzt zu einem farblosen Glase, welches beim Erkalten durchsichtig bleibt; sie kann durch Kochsalz und Schwefelsäure verunreinigt sein.

Kieselsäure.

Si O_3.

(Kieselerde, Siliciumsäure; Acidum silicicum, Terra silicea; Acide silicique, Silice; Silicic acid, Silica.)

Bei der Bereitung des chlorsauren Kali's, wie dieselbe früher durch Hineinleiten von Chlorgas in Pottascheauflösung ausgeführt wurde, fällt im Laufe der Operation Kieselsäurehydrat nieder, welches ich, wenn reine Kieselerde verlangt wurde, dafür ver-

Digitized by Google

arbeitete. Dieses Hydrat wurde mit heissem Wasser, abwechselnd in grossen Steintöpfen und auf einem leinenen Spitzbeutel, so lange ausgewaschen, bis das abfliessende Wasser sich nicht mehr durch Silbersolution trübte. Der Niederschlag sollte nun getrocknet und dann geglüht werden; bevor diess jedoch geschah, wurde etwas davon auf seine Reinheit geprüft und — man fand denselben eisen- und thonerdehaltig. Der feuchte Niederschlag wurde desshalb mit etwas reiner Salzsäure und Wasser einige Stunden in einer grossen porcellanenen Schaale im Sandbade digerirt und dann ausgesüsst. Nachdem man sich nun durch Versuche überzeugt hatte, dass Eisen und Thonerde entfernt waren, und das Hydrat überhaupt Nichts von einer anderen Beimischung enthielt, wurde dasselbe getrocknet, nach dem Trocknen zu feinem Pulver zerrieben und in einem beschlagenen und bedeckten Porcellantiegel $\frac{1}{4}$ Stunde hindurch geglüht. Die Kieselsäure bildete nach dem Glühen ein weisses, rauh anzufühlendes, geruch- und geschmackloses Pulver.

Auch jenes gallertartige Kieselsäurehydrat, welches bei Bereitung der Kieselfluorwasserstoffsäure sich ausscheidet, kann noch einfacher und mit Vortheil für diesen Zweck benutzt werden. Nachdem man das Quecksilber, so gut als thunlich, durch Schlemmen von dem Kieselsäurehydrat getrennt hat, wird das letztere mit Wasser vollständig ausgesüsst, getrocknet und durch Glühen im Porcellantiegel von seinem Wassergehalte und von den anhängenden Quecksilbertheilchen befreit, wodurch sie als ein sehr weisses, höchst lockeres Pulver aus der Arbeit hervorgeht.

Stehen obige Hydrate nicht zu Gebote, dann stellt man sie aus Quarz dar, zu welchem Ende derselbe erst geglüht, dann in Wasser abgeschreckt, getrocknet und zu feinem Pulver zerrieben wird. Das Pulver wird mit $3\frac{1}{2}$ Th. kohlensaurem Kali in einem beschlagenen Porcellantiegel bei Rothglühhitze geschmolzen, dann mit Salzsäure ebenso verfahren, wie man auf analytischem Wege kieselige Fossilien aufschliesst. Die auf diese Weise erhaltene Kieselsäure erscheint nach dem Glühen als weisses, rauh anzufühlendes Pulver. Ich habe jedoch niemals einen weisseren Artikel erhalten, als aus jenem Hydrate, welches bei Bereitung der Kieselflusssäure abfällt.

Digitized by Google

Kieselfluorwasserstoffsäure.

$$2\,SiF_3 + 3\,HF + x\,HO.$$

(Kieselflusssäure, Hydrofluorkieselsäure; Acidum silicico-hydrofluoricum; Hydrofluate de fluorure de silicium; Hydrofluosilicic acid.)

Zwei Pfund gröblichgepulverter Flussspath und 2 Pf. gröblichgepulverter Quarzsand werden gut vermengt und nebst 12 Pf. Schwefelsäure von 66 ° B. in eine 16 bis 18 Quart Wasser fassende untubulirte Retorte gegeben. Nachdem man Alles gut durcheinander geschüttelt hat, wird die Retorte in's Sandbad gelegt, ein tubulirter Kolben mittelst einer gypshaltigen Mehlpaste luftdicht angekittet und mit Blase oder Packleinwand umbunden. In dem Tubulus der Vorlage befestigt man, mittelst eines durchbohrten Korkstöpsels, den kürzeren Schenkel einer $\frac{1}{2}$" weiten Glasröhre und verkittet und verbindet auch hier mit vorhin erwähnter Paste und mit Blase. Man thut wohl, den längeren Schenkel der Glasröhre durch einen Korkspund zu stecken, welcher in den Hals eines ovalen Kolbens (sogenannter Birnkolben) so einpasst, dass derselbe leicht auf dem Glasrohre in die Höhe geschoben werden kann, nicht um den Hals des Kolbens zu verschliessen, sondern um der Glasröhre einen Anhaltspunkt zu geben; auch ist's gut, um das Loch in der Mitte herum noch einige Löcher zu bohren. In den ovalen Glaskolben gibt man $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$" hoch Quecksilber und 8 Pf. destillirtes Wasser. Man führt die Glasröhre so tief in den Kolben hinab, dass sie etwa $\frac{1}{8}$" tief unter der Oberfläche des Quecksilbers mündet, und kann dieser Punkt, ehe das Wasser auf das Quecksilber gegossen wird, an der Röhre angemerkt werden.

Man gibt gelindes Feuer, welches nach und nach verstärkt wird, und unterhält es so lange, bis die Gasentwicklung beendigt ist. Das Gas geht durch das Quecksilber in das Wasser, von welchem es zersetzt wird, und das letztere schon im Anfange der Operation, durch Ausscheidung von Kieselsäure, sich trübt, welche Trübung sich nach und nach so steigert, dass der Inhalt des Kolbens zuletzt in ein gelatinöses Magma verwandelt wird. Auch kommt es während der Operation nicht selten vor, dass im Kolben Röhren und Klumpen von Kieselerde sich bilden; tritt ein solcher Fall ein, dann ist es nöthig den Korkspund an der Glasröhre

Digitized by Google

hinaufzuschieben und dieselben mittelst eines reinen Holzstabes zu zerstören.

Da die Retorte nur einmal gebraucht werden kann, feuert man so lange, bis sie von selbst zerspringt. Nachdem der Apparat erkaltet ist, gibt man die gallertartige Masse auf ein dichtes leinenes Tuch, lässt das Meiste der Flüssigkeit ablaufen, presst aus, und wäscht mit so viel destillirtem Wasser nach, dass die gesammte Flüssigkeitsmenge 8 Pfund beträgt, worauf dieselbe filtrirt wird.

Das Quecksilber wird abgeschlämmt, mit Wasser gewaschen, getrocknet, und durch Papier, in welches man einige Nadelstiche gemacht, filtrirt. Die Kieselerde kann, wie bei vorstehendem Artikel bemerkt, weiter benutzt werden.

Kieselfluorwasserstoffsäure ist eine farblose Flüssigkeit, ohne Geruch, von nicht unangenehmen saurem Geschmack und hat, bei Anwendung der vorbemerkten Wassermenge, ein spec. Gew. von 1,060 bis 1,062. Sie kann Schwefelsäure enthalten, welches man indess nicht durch Barytsalze erfährt, da diese durch Kieselflusssäure zersetzt werden und Niederschläge entstehen, sondern durch irgend ein auflösliches Strontiansalz.

Kalium.

K.

(Kalium; Potassium.)

Man stellt das Kalium sowohl aus Kalihydrat als auch aus kohlensaurem Kali dar; am besten ist's jedoch und namentlich bei Darstellung grösserer Mengen, sich dazu der Weinsteinkohle zu bedienen, welche man mit Holzkohle mengt, und in einem eisernen Gefässe der Weissglühhitze aussetzt.

Das Brennen des Weinsteins nimmt man in einem eisernen Tiegel oder in einem eingemauerten eisernen Kessel vor. Während dieser Arbeit muss das Gefäss mit einer eisernen Platte bedeckt sein, und man heizt so lange, bis kein Rauch mehr aus demselben

Digitized by Google

emporsteigt. Die erhaltene Kohle wird, noch warm, im eisernen Mörser fein gestossen und zerrieben, und mit $\frac{1}{7}$ ihres Gewichtes gröblichen ungesiebten Holzkohlenpulvers gut vermengt.

Die Gefässe, deren man sich zur Reduction bedient, sind jene aus geschmiedetem Eisen gefertigten Flaschen, in welchen das Quecksilber versendet wird. Ich habe derartige cylindrische Gefässe, von grösserem Kaliber aus $\frac{3}{8}$ bis $\frac{7}{16}$ zölligem gehämmertem — nicht gewalztem — Eisen schweissen lassen, und beschickte einen solchen Cylinder für jede Operation mit $4\frac{1}{2}$ Pf. Gemisch, aus $3\frac{15}{16}$ Pf. Weinsteinkohle und $\frac{9}{16}$ Pf. Holzkohle bestehend. Die Oeffnung dieser Retorte wird mit Schraubengängen versehen, in welche man ein 6 bis 8 " langes, $\frac{1}{8}$ bis $\frac{3}{16}$ " starkes und inseits $\frac{3}{4}$" weites gezogenes — **nicht gegossenes** — Eisenrohr einschraubt, welches die Retorte mit einer aus Kupferblech gefertigten, aus zwei Theilen bestehenden, Vorlage verbindet.

Die Retorte wird mit einem Gemisch von 2 Th. gröblich gepulverten Feuerthons, welcher vorher gebrannt worden (man kann statt dessen auch das Pulver zerbrochener Charmottesteine oder hessischer Tiegel gebrauchen), 1 Th. fetten Thons, etwas Haare oder Rossäpfel und Wasser beschlagen, und lässt man diesen Beschlag gehörig austrocknen, ehe man die Retorte einlegt.

Der Ofen wird aus Charmottesteinen (feuerfeste Steine, *(fire-brick's)* rechtwinklig aufgeführt, wenigstens dessen innere, dem Feuer ausgesetzte Seite, es werden dieselben in einen Brei aus feingepulvertem feuerfestem Thon (*fire-clay*) eingelegt und auch die Fugen damit verstrichen. Die äussere Mauer des Ofens kann man aus gewöhnlichen, gut und hart gebrannten Backsteinen aufbauen. Die Oeffnung oben auf dem Ofen wird während der Operation durch einen aufliegenden Deckel verschlossen gehalten, und nur geöffnet wenn Kohlen nachgegeben werden sollen. Derselbe besteht aus einem mit Charmottesteinen ausgelegten eisernen Rahmen mit einer Handhabe, damit man denselben vorwärts und zurückschieben kann. Der Ofen steht durch den Flaum O mit einem 5 bis 6′ hohen Schornstein in Verbindung, welcher entweder aus gewöhnlichen Backsteinen fortgeführt werden oder aus dickem Eisenblech gemacht sein kann, und es ist zugleich ein Dämpfer R angebracht, um den Zug reguliren zu können. Der Aschenfall hat eine Oeffnung, um Luft in den Ofen eindringen lassen und die Asche fortnehmen zu können. An der Vorderseite des Ofens ist ein gusseiserner Rahmen mit einer gutschliessenden

Digitized by Google

gusseisernen Thür eingemauert, welche in der Mitte ein Loch hat, durch welches das 6 bis 8″ lange eiserne Verbindungsrohr gesteckt wird.

Die Retorte A wird auf 4 Charmottesteine gelegt, deren je 2 aus dem gegenüberliegenden Mauerwerk hervorspringen, und es hat dieselbe ausserdem am Hinter-Ende noch einen auf dem Rostheerde der Länge nach aufrechtstehenden Charmottestein als Stützpunkt.

Am Hintertheile des Ofens, etwa 4″ über der Rostfläche, ist in dem Mauerwerk ein gusseiserner Rahmen 4 bis 5″ im Quadrat eingelassen, in welchen ein Charmottestein gut einpasst. Diese Oeffnung dient dazu, um, wenn beim Eintragen frischer Kohlen in den Ofen, Lücken unter der Retorte entstehen sollten, die Kohlen mittelst einer hineingesteckten Eisenstange von Oben besser nachfallen zu machen. Vor dem Vordertheile des Ofens ist ein niedriges Mauerwerk aufgeführt, auf welchem eine mit einem niedrigen Rande versehene Eisenplatte liegt, die an der einen Ecke mit einer Abflussrinne versehen ist. Auf diese Platte wird ein Kühltubben mit einer am Boden befindlichen Tülle, und in diesen die kupferne Vorlage gesetzt. Die letztere wird in dem Tubben mit Eis umgeben und derselbe stets damit angefüllt erhalten. In Ermanglung von Eis lässt man ununterbrochen einen Strom kalten Wassers über die Vorlage laufen, der herabgeneigte Rand verhindert dessen Hineintreten in den unteren Theil der Vorlage, und endlich fliesst dasselbe ab aus der Rinne im eisernen Kasten.

Die kupferne Vorlage B besteht aus zwei cylindrischen Theilen, welche ineinander geschoben werden. Der Untertheil C hat einen Boden und ist oben offen, während der Obertheil D unten offen und oben verschlossen ist, und als Deckel für den andern dient. In diesen Cylinder tritt der obere, welcher durch eine in demselben vertikal laufende Kupferplatte c — d in zwei Abtheilungen getheilt ist, bis an den etwas abwärts laufenden Rand m — n so weit ein, dass letzterer etwas über dem Boden des zu unterst stehenden mündet. An dem inneren Cylinder sind oben, nahe am Ende, drei kupferne Tubulaturen angebracht; zwei derselben a—b stehen einander genau gegenüber, und in derselben Richtung hat auch die vertikal laufende Platte c—d eine Oeffnung; die eine derselben a dient zur Aufnahme des gezogenen Eisenrohrs, die andere b aber wird mit einem Korkstöpsel verschlossen. Die

Digitized by Google

dritte Tubulatur befindet sich in der Nähe des letzgenannten Tubus b und ist bestimmt gleichfalls einen Korkstöpsel aufzunehmen, in welchem eine $\frac{3}{8}$ bis $\frac{1}{2}$" weite Glasröhre befestigt ist, die man in eine etwa zu $\frac{2}{3}$ ihres Inhalts mit Steinöl gefüllte Flasche leitet und unter der Oberfläche des Oels münden lässt. In den äusseren Cylinder wird etwa 4" hoch oder zu etwa $\frac{1}{4}$ seiner Höhe rectificirtes (sauerstofffreies) Steinöl gegeben, darauf der innere Cylinder hineingeschoben und die Fugen zwischen beiden mit Kitt aus gepulvertem fettem Thon und Leinöl verstrichen.

Fig. 48.

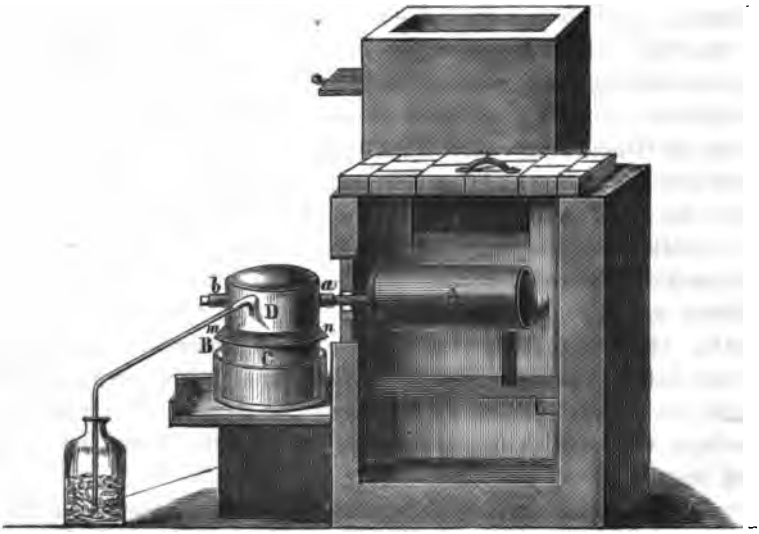
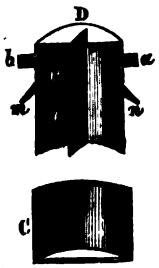


Fig. 49.



Nachdem 4 $\frac{1}{2}$ Pf. Gemisch in die Retorte gebracht, welche etwa zu $\frac{3}{4}$ ihres Rauminhalts davon gefüllt, wird sie in den Ofen eingelegt und ein schwaches Feuer gegeben, um die dem Gemenge anhängende Feuchtigkeit allmälig auszutreiben. Nach und nach schüttet man von Oben etwas mehr Kohlen auf, schiebt jedesmal den Deckel wieder über die Oeffnung und füllt, wenn die zuletzt eingetragenen Kohlen durchweg brennen, den Ofen ganz mit Holzkohlen, oder besser mit einem Gemenge von diesen und gutgebrannten Cokes an, so dass die Retorte weissglühend wird, welche Hitze während der ganzen Opera-

Digitized by Google

tion und so viel als möglich gleichmässig unterhalten werden muss; man versäume nicht nach jedesmaligem Kohlenaufgeben durch das über dem Rostheerde befindliche 4 bis 5 zöllige Loch mit dem Ofeneisen die Kohlen herabfallen zu machen. Sobald alle Feuchtigkeit ausgetrieben ist, schraubt man das Rohr luftdicht an und, wenn aus der in der Retorte befindlichen glühenden Masse grünliche Dämpfe sich entwickeln, wodurch die Reduktion des Kali's angezeigt wird, steckt man die Vorlage mittelst des Tubus a an das Leitungsrohr, und verstreicht die Fugen mit Thonkitt, wobei von vornherein die Vorsicht getroffen wurde, dass dasselbe nicht weiter aus dem Ofen hervortrete als nöthig ist, um in den Tubus einzupassen. Mit dem Kalium zugleich entwickelt sich Gas, welches durch die Glasröhre über dem Petroleum entweicht; an dem regelmässigen Glucken erkennt man am besten den Gang der Arbeit. Während der Operation lagert sich neugebildete Substanz und mechanisch herübergerissene Kohle in dem eisernen Verbindungsrohre ab und, wenn sich diese zu sehr anhäufen, wird das Rohr ganz verstopft, wesshalb man dasselbe zum Oeftern dafür zu untersuchen hat. Diess geschieht dadurch, dass man den, dem eisernen Leitungsrohre gerade gegenüberliegenden mit einem Korkstöpsel verschlossenen Tubus b öffnet, mit einem einige Fuss langen eisernem Stabe, welcher vorn eine hölzerne Handhabe hat und sich in einen scharfen Holzbohrer endigt, durch den Tubus in das eiserne Rohr fährt, und dasselbe von der abgelagerten grauen Masse befreit. Sollte sich dieselbe schon stark angehäuft haben, so muss man suchen, das Rohr durch starkes Bohren wieder zu öffnen, worauf der Tubus wieder verkorkt wird. Bei genauer Vorsicht und aufmerksamem Feuern kann ein völliges Verstopfen nicht vorkommen; sollte solches sich andernfalls ereignen, dann bleibt nichts weiter übrig als die Arbeit zu unterbrechen.

Es ist gut, auf dem Eisenstabe mit Holzbohrer ein Zeichen anzumerken, um zu wissen, wie weit die Spitze desselben in den Apparat hineinzureichen hat.

Wenn nach einer 4 bis 5 stündigen Weissglühhitze die Gasströmung sich vermindert, man aber durch den geöffneten Tubus b noch grünliche Dämpfe im Innern der Retorte sich kreisen sieht, dann muss noch gefeuert werden, weil noch Kalium überdestillirt. Sobald man indess solche Dämpfe nicht mehr wahrnimmt und auch nach dem Wiederverschluss des Tubus die Gasentwicklung gänz-

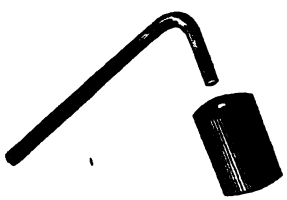
Digitized by Google

lich aufhört, sieht man die Arbeit als beendet an, und lässt das Feuer ausgehen.

Nachdem der Apparat erkaltet ist, wird die Vorlage abgenommen und in eine porcellanene Schaale geleert; ist die Operation gut von statten gegangen, dann erscheint das meiste Kalium in reinen, grösseren und kleineren Mettallkugeln und rundlichen Stücken; diese werden vorläufig in ein Glas mit Steinöl gegeben. Die übrigen festen und aus verschiedenen Stoffen zusammengebackenen Theile werden in ein Stück Leinwand gebunden; die Schaale setzt man in's Sandbad, erhitzt das Petroleum bis zum Kochen, presst das Bündel unter dem Oele zwischen den Fingern und mittelst einer breiten Pincette (Drahtzange) aus, wodurch das flüssiggewordene Kalium in kleinen Kugeln herausdringt, und dem bereits im Glase unter Steinöl befindlichen beigegeben wird. Die fremden Substanzen bleiben dadurch im leinenen Bündel zurück. Die geringe Menge des Retortenrückstandes wird fortgeworfen; die Retorte selbst wird auf's Neue gefüllt und ebenso wieder verfahren, wie vorstehend angegeben worden ist.

Hat man eine dem Bedürfniss entsprechende Menge Kalium, dann wird dasselbe einer nochmaligen Destillation unterworfen, um es vollkommen rein zu erhalten, weil häufig etwas Kohlenstaub eingeschlossen ist; solches geschieht in einer eisernen Retorte oder besser in einer aus Schmiedeeisen gefertigten Büchse, mit aufgeschrobenem gezogenem — nicht gegossenem — Eisenrohr.

Fig. 50.



Die gehämmerte und geschweisste Büchse ist bei 7″ Höhe $5\frac{1}{2}$″ weit. Dieselbe mit Kalium zur Hälfte gefüllt und etwas sauerstofffreies Petroleum nachgegeben, wird in einen gutziehenden Windofen eingesetzt. Durch eine an der Seite desselben befindliche Oeffnung schraubt man das gekrümmte Eisenrohr in die Büchse ein und lässt das Vorderende desselben in eine Flasche mit rectificirtem (sauerstofffreiem) Steinöl, unter dasselbe eintauchen. Während der Dauer der Destillation klopft man hin und wieder mit einem leichten Hammer an das Eisenrohr, um das in demselben hängende Kalium in die Vorlage abfliessen zu machen. Das erhaltene Kalium erscheint in kleineren und grösseren zinnweissen Kugeln, von Linsen- bis Erbsen- bis Hasselnuss-

Digitized by Google

Grösse hinauf; es wird unter rectificirtem Steinöl in Flaschen mit Glasstöpseln anfbewahrt, welche ganz angefüllt sein müssen.

Aus 46 Pf. Weinsteinkohle erhalten $5\frac{1}{4}$ Pf. reines rectif. Kalium,
„ 50 „ „ „ $6\frac{3}{16}$ „ „ „ „
„ $47\frac{1}{2}$ „ „ „ $5\frac{15}{16}$ „ „ „ „

Das Kalium ist zinnweiss, stark glänzend, sp. G. = 0,865; bei 0° ist es fest, spröde, bei +20° weich wie Wachs, dehnsam, geschmeidig, bei 58° flüssig, verdampft vor der Rothglühhitze in grünen Dämpfen. An feuchter Luft oxydirt es sich sehr schnell und verliert den Metallglanz; es zersetzt das Wasser sehr kräftig, wobei es sich entzündet und unter Bildung von Kali mit einer röthlichen Flamme verbrennt.

Aetzendes Kali.

KO + HO.

(Kalihydrat, Aetzendes Pflanzenlaugensalz, Aetzstein, Vegetabilisches Alkali; Kalium oxydatum hydraticum, Kali causticum, Alkali vegetabile causticum; Hydrate de potasse, Potasse caustique, Potasse à la chaux; Hydrate of potassa, Caustic potassa.)

Zur Bereitung des ätzenden Kali's sowohl, als zu der des gereinigten kohlensauren Salzes (gereinigte Pottasche) habe ich mir stets in einem gutbedeckten eisernen Kessel eine zu 48 bis 49° (= 1,50 bis 1,516 sp. G.) eingekochte Pottaschenlauge vorräthig gehalten.

Zehn Eimer dieser Lauge werden in einen reingescheuerten tiefen eisernen Kessel gegeben und so viel Wasser hinzugesetzt, dass die Flüssigkeit 15 bis 16° B, (= 1,115 bis 1,124 sp. G.) zeigt, worauf man Feuer gibt und zum Sieden erhitzt. Dann setzt man, unter stetem Umrühren mit einem langen eisernen Spatel (Rührеisen) nach und nach so lange frischbereitetes pulveriges Kalkhydrat hinzu, bis durch Hineingiessen einer abfiltrirten Probe in verdünnte Schwefelsäure keine Gasbläschen (Kohlensäure) mehr

Digitized by Google

aufsteigen. Sollte sich noch etwas Kohlensäure entwickeln, dann setzt man noch eine kleine Handschaufel voll des Kalkhydrats hinzu, rührt gut um und prüft nach kurzer Zeit wieder mit Schwefelsäure. Wenn das kohlensaure Kali durch das Kalkhydrat vollkommen zersetzt ist, d. h. wenn die filtrirte Flüssigkeit in verdünnte Schwefelsäure gegossen keine Luftbläschen mehr aufsteigen macht, werden der im Kessel enthaltenen Masse noch 6 bis 8 Eimer Wasser untergerührt, dann wird der Kessel mit einem Deckel so fest als möglich bedeckt und das Feuer vorgezogen. Man gebraucht zu den 10 Eimern concentrirter Pottaschenlauge das Hydrat von 160 bis 180 Pf. gebranntem Kalk, je nachdem derselbe frischgebrannt oder älter, oder von guter oder schlechter Qualität ist. Nach ein Paar Stunden ruhigen Stehens wird die klare Lauge in einen nebenbei eingemauerten kleineren eisernen Kessel abgelassen, derselbe angefeuert und die Lauge rasch eingekocht. In der Zwischenzeit bringt man auf den Rückstand im grossen Kessel wiederum 10 bis 12 Eimer Wasser, rührt gut durch, legt den Deckel wieder auf und erwärmt die Brühe, wenn sie zu sehr sich abgekühlt haben sollte, durch etwas auf's Neue untergelegtes Feuer. Nach Verlauf derselben Zeit wird, wie das erste Mal, der Bodensatz sich wieder gelagert und die Flüssigkeit sich geklärt haben; sie wird der im kleinen Kessel kochenden zugelassen und mit ihr eingekocht, Man laugt den Bodensatz im grossen Kessel so weit aus, bis die (schwache) Lauge zuletzt etwa $\frac{3}{4}$° B. zeigt, und gibt denselben auf den Trockenplatz, um ihn später als Zuschlag bei Bereitung der rohen Soda zu benutzen, oder man verwendet denselben zum Entsäuern des sauren schwefelsauren Kali's oder für sonstige Zwecke. Denselben weiter mit Wasser zu behandeln und die dadurch erhaltene schwache Lauge noch mit einzukochen, deckt Feuerungs- und Arbeitskosten nicht. Will man indess dieselbe Arbeit gleich noch einmal durchmachen, dann mag der kohlensaure Kalk weiter ausgelaugt werden, und man kann die Waschwasser und selbst die schwachen Laugen von 1 bis $1\frac{1}{2}$ Grad zum Verdünnen der starken Pottaschenlauge, statt Wasser benutzen. Oder, wird in der Fabrik auch Hausseife angefertigt, dann können die schwächeren Laugen auch bei dieser Arbeit verwendet werden.

Sämmtliche Laugen werden so rasch als nur immer möglich und so weit eingekocht, bis eine herausgenommene Probe 36° B. (= 1,33 sp. Gew.) zeigt, weil die Lauge von dieser Stärke ge-

Digitized by Google

meiniglich verkauft wird. Man entfernt jetzt das Feuer, lässt die Heitzthüre offen, bedeckt den Kessel mit einem Deckel und füllt die Lauge, wenn sie sich ziemlich abgekühlt hat, in Säureballons, welche nach dem völligen Erkalten der Lauge durch guten Verschluss mit Glas- oder Thonstöpseln und Verbinden derselben mit Blase vor Luftzutritt möglichst geschützt wird. Die Lauge enthält bei oben angegebener Stärke (36 ° B.) 26,3 pCt. Kali, ist farblos oder wenig in's Gelbliche sich neigend, hat einen schwachen eigenthümlichen (Laugen-) Geruch und sehr brennenden ätzenden Geschmack; ist sie bräunlich gefärbt, dann enthält sie meistens organische Stoffe.

Wenn gleich die 36grädige Aetzkalilauge (Seifensiederlauge; Liquor Kali caustici, Lixivium saponariorum; Lessive caustique, Potasse caustique liquide; Caustic potash lye) wenig mehr in den Handel gebracht wird, so dient sie um so mehr zu der Bereitung des trocknen und des geschmolzenen Aetzkali's.

Das trockene Aetzkali (Kali causticum siccum; Exsiccated or dry caustic potassa) KO + xHO (3 — 4 HO) erhält man durch Einkochen der Aetzkalilauge im silbernen Kessel, bis etwas mit dem silbernen Löffel herausgenommen auf einen kalten Gegenstand getröpfelt augenblicklich erstarret. Ist die Lauge so weit concentrirt, dann giesse man sie auf eine blanke, mit Baumöl abgeriebene eiserne Platte aus, zerklopfe die Masse gleich nach dem Erstarren mittelst eines reinen Messers und Hammers in kleinere Stücke, gebe sie in trockne, ein wenig erwärmte Flaschen mit weiten Mündungen, verkorke und verbinde, oder verpiche dieselben luftdicht.

Das trockene Aetzkali enthält zwischen 56 bis 64 pCt. Kali, erscheint in gelblichweissen Stücken von krystallinischem Gefüge, zieht an der Luft Wasser und Kohlensäure an, zerfliesst und verwandelt sich theilweis in kohlensaures Kali.

Die Darstellung des geschmolzenen Aetzkalis KO + HO (Kalihydrat, Aetzstein, Kaliätzstein, alkalischer Höllenstein, Aetzstein der Chirurgen; Kali causticum fusum, Lapis causticus kalinus, Lapis infernalis alkalinus, Lapis causticus chirurgorum, Causticum commune acerrimum; Pierre à cautère, Potasse caustique fusé ou fondu; Fused caustic potassa) anlangend, so wird der silberne Kessel zu $\frac{1}{3}$ seines Inhalts mit 36 grädiger Aetzlauge angefüllt, so weit eingekocht, bis sie nicht mehr schäumt und in

Digitized by Google

die Höhe steigt, sondern ruhig und klar wie Oel fliesst. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann schmilzt man noch etwa 10 Minuten länger, und giesst darauf mit einem grossen silbernen Löffel (in der Form eines runden mit einem Ausguss versehenen Aufgebelöffels) von dem schmelzenden Aetzkali in die vorher mit Oel ausgeriebene Form. Die zu Anfang des Giessens alsbald erstarrten Stangen, welche etwa ¼" stark und 6" lang sind, werden sogleich in ein Glas mit weiter Mündung gegeben, und es wird mit dem Eingiessen in derselben Art fortgefahren.

Fig. 51.

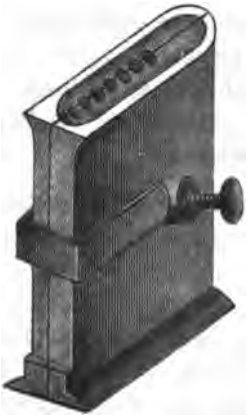


Fig. 52.

Wenn so viel Lauge in Anwendung genommen ist, dass man etwa 6 bis 7 Pf. geschmolzenes Hydrat erhält, dann ist es besser, abwechselnd in zwei Formen zu giessen, weil sich die Form nach und nach so stark erwärmt, dass die gebildeten Stangen nicht schnell genug erstarren. Ist man im Besitz von nur einer Form, dann thut man wohl. das Letzte des Kesselinhalts auf eine blanke mit Oel abgeriebene Eisenplatte zu giessen. Zugleich ist noch zu bemerken, dass man, wenn nicht nach jedem, doch mindestens nach zwei Güssen inseits die Formtheile mit Werg auswischen und frisch wieder mit Oel abreiben muss.

Nach dem Erkalten wird das auf die Platte gegossene Aetzkali in Stücke zerschlagen, und für sich in ein anderes Glas mit weiter Mündung gegeben. Man unterscheidet der Form nach im Handel Aetzkali in Stangen und in Tafeln oder Stücken. (Kali causticum in bacillis & in tabulis; Caustic potassa in stick's and

Digitized by Google

in irregular pieces.) — Geschmolzenes Aetzkali enthält in 100 Th. 84 Kali und 16 Wasser.

Die Aetzkalilauge hat eine gelbliche Farbe, das trockne Aetzkali ist weiss oder schwachgelblich gefärbt, das geschmolzene aber muss vollkommen weiss sein Alle drei auf vorstehende Weise bereiteten Präparate sind nicht chemisch rein, sie enthalten jederzeits geringe Mengen von Kohlensäure und Spuren von Salzsäure, Kieselsäure, Thonerde und Eisen. Enthalten dieselben Schwefelsäure, so war keine starke Pottaschenlauge verwendet oder die Aetzlauge nicht zu 36° B. eingekocht worden. Ein solches Aetzkali, als Lauge, als getrocknetes oder als geschmolzenes, verdient desshalb Tadel, so auch, wenn dasselbe Kalk, Magnesia, Kupfer enthält.

Chemisch reines Aetzkali. Zu einer der schwierigsten Aufgaben für den praktischen Chemiker gehört, nach meinem Dafürhalten, ohnstreitig die Darstellung eines chemisch reinen Aetzkalis in grösserer Menge.

Im Allgemeinen behandelt man eine sehr concentrirte Aetzlauge, oder in Stückchen zerbrochenes, trocknes Aetzkali in hohen Flaschen mit Alkohol (Potasse caustique à l'alcool; Alcoholic potassa), zieht nach mehrtägigem Einwirken und öfterem Umschütteln die klare alkoholische Kalilösung vorsichtig von der unteren trüben Auflösung ab, verdunstet den Alkohol und schmilzt darauf im Silberkessel, wodurch man allerdings ein Präparat erhält, welches reiner ist als es vorher war, indess noch nicht für chemisch rein gelten kann, da es stets etwas Chlorkalium und nebenbei auch kohlensaures Kali enthält, welches letztere durch Zersetzung eines Theils Alkohol beim Abdampfen enstanden ist.

Ich habe gereinigten Weinstein, den ich, ehe derselbe im eisernen Kessel durch Brennen zersetzt wurde, in kleinere Stücke zerbrechen liess und mit destillirtem Wasser wusch, ebenfalls für diesen Zweck verarbeitet; jedoch war es mir, trotz der grössten dabei beobachteten Vorsicht und Aufmerksamkeit, auch hierbei nicht möglich, ein vollkommen reines und namentlich salzsäurefreies Aetzkali herzustellen. Von 10 Pf. trocknen und blendend weissen Weinsteinkali's und 9⅜ Pf. Aetzkalk, aus weissem carrarischem Marmor gebrannt, wurden 6 ¼ Pf. geschmolzenes Aetzkali erhalten.

Digitized by Google

Ein in jeder Hinsicht tadelfreies reines Aetzkali konnte ich nur auf die Weise herstellen, dass ich zuerst ein chemisch reines essigsaures Kali mir verschaffte, welches im silbernen, und bei späteren Arbeiten in einem tiefen, ausgedrehten, blanken eisernen Kessel geglüht wurde, bis eine von der Oberfläche der durch und durch glühenden Masse genommene Probe, nach dem Erkalten mit concentrirter Schwefelsäure übergossen, keine Essigdämpfe mehr entwickelte, und dieselbe auch, unter Abscheidung von Kohle, zur ungefärbten Flüssigkeit sich auflöste. Die erhaltene schwarze Masse wurde nach dem Erkalten mit destillirtem Wasser ausgelaugt und die Flüssigkeit durch einen reinen weissleinenen Spitzbeutel filtrirt; sie zeigte sich, durch die damit angestellten Versuche, vollkommen frei von jeder Verunreinigung als: Schwefelsäure, Chlor, Eisen, Kieselerde, Thonerde u. dgl. und hatte eine Stärke von 12° B. = 1,090 sp. G. — Diese Auflösung des kohlensauren Kali's wurde in dem gereinigten ausgedrehten eisernen Kessel zum Kochen erhitzt und, unter stetem Umrühren mit einem blanken eisernen Spatel, vorsichtig mit so viel eines reinen Kalkhydrats versetzt, als eben erforderlich war, das Kalisalz vollkommen zu zersetzen. Der durchgerührte milchige Kesselinhalt wurde in einen weissleinenen Spitzbeutel gegeben, welchen man in einen eisernen Tenakel ausgespannt hatte und als, nach mehrmaligem Zurückgeben auf den Beutel, die Flüssigkeit vollkommen klar erschien, liess man dieselbe durch einen aufgesetzten Glastrichter in eine grosse Glasflasche laufen. Als nichts mehr vom Spitzbeutel abtropfte, gab man den Rückstand durch Umstürzen in den Kessel zurück, und rührte so viel destillirtes Wasser damit zusammen, dass das Gemisch etwa nur $\frac{3}{4}$ so hoch im Kessel stand als das erste Mal. Nachdem das im Kessel Befindliche durch untergelegtes Feuer gut durchgewärmt war, wurde es wieder auf den Beutel gegeben und ebenso wie zuvor verfahren. Während des zweiten Filtrirens wurde die in der Glasflasche befindliche erste Lauge im silbernen Kessel eingekocht und von der zweiten nach und nach zugesetzt. Hat man sämmtliche Lauge im Kessel, dann muss so rasch als irgend möglich verdunstet werden; wenn der Zeitpunkt eingetreten, wo die Flüssigkeit ruhig wie Oel fliesst, giesst man dieselbe auf eine blanke Eisenplatte aus, zerschlägt die erstarrte Masse in Stücke, füllt diese sogleich in Gläser mit weiten Mündungen, verschliesst dieselben mit Glasstöpseln und verbindet mit Blase. Spätere Er-

Digitized by Google

fahrungen haben mich gelehrt, dass es vortheilhaft sei die geschmolzene Masse möglichst dick, etwa 1" stark, in einen polirten Eisenrahmen auszugiessen, weil, wenn beim Oeffnen der Flasche, was nicht zu verhüten, das Kali nach und nach Kohlensäure anzieht, solches natürlich von den Aussenseiten zunächt geschieht. Mir ist Aetzkali vorgekommen, welches auf der Aussenseite viel Kohlensäure enthielt, während, sobald das Aeussere auf $\frac{1}{11}$ bis $\frac{1}{16}$" mit destillirtem Wasser abgewaschen war, das Innere sich vollkommen frei von Kohlensäure zeigte.

Um jenes reine Kalkhydrat, welches bei dieser Arbeit gebraucht wurde, sich zu verschaffen, verfuhr man auf die Weise, dass man reines, metallfreies Chlorcalcium durch kohlensaures Ammoniak zersetzte und, nachdem der erhaltene kohlensaure Kalk vollkommen mit destillirtem Wasser ausgesüsst und demnächst getrocknet war, denselben in einem rostfreien eisernen Tiegel, durch vorsichtiges Glühen zwischen Holzkohlen, entkohlensäuerte. Den erhaltenen Aetzkalk befeuchtete man mit destillirtem Wasser, um ihn in pulverförmiges Hydrat umzuwandeln.

Diese Methode ist allerdings etwas kostspielig, allein sie schien mir der einzige Weg, um ein chemisch reines Aetzkali zu erhalten, was auch zu meiner vollkommenen Zufriedenheit erreicht wurde.

Schwefelkalium.

$$2\,KS_3 + (KO + 2\,SO).$$

(Schwefelleber, Schwefelkali, Kalischwefelleber, Schwefelseife; Kalium sulphuratum, Kali sulphuratum, Hepar sulphuris kalinum, seu salinum, seu vulgare, Sapo sulphuris; Sulfure de potassium, Trisulfure de potassium, Sulfure de potasse, Foie de soufre alcalin; Sulphuret of potassium, Trisulphuret of potassium, Sulphuret of potassa, Liver of sulphur.)

A. Reines Schwefelkalium. Ein inniges Gemenge von 12 Pf. gepulverten kohlensauren Kali's, aus Weinstein bereitet, und 6 Pf. gewaschenen Schwefels wird in einen sogenannten 12 Quart-Kolben geschüttet; man thut wohl, sich unter seinem

Digitized by Google

Glasvorrathe einen solchen auszusuchen, welcher einen engen Hals hat, und sprengt denselben nicht ab. Der Kolben wird in die Kapelle auf eine dünne Lage Sand gestellt, und dann bis zur Hälfte mit Sand umschüttet. Man gibt im Anfange gelindes Feuer, bis das Gemenge zu schmelzen beginnt, worauf man dasselbe verstärkt und so lange unterhält, bis der Kolbeninhalt eine vollkommen flüssige, dickliche Masse von leberbrauner Farbe bildet und sich nicht mehr aufbläht. Ob die beiden Substanzen sich gegenseitig verbunden haben, erkennt man an einer mit einem Glasstabe herausgenommenen Probe; löst sich dieselbe vollständig in Wasser auf, ohne Schwefel zurückzulassen, so ist die Operation als beendigt anzusehen, im andern Falle muss mit dem Schmelzen fortgefahren werden.

Man nehme, wenn die Arbeit beendigt ist, den Kolben aus der Kapelle, verwahre dessen Inhalt vor Luftzutritt durch Verschluss mit einem Korkstöpsel, und stelle denselben auf einen Strohkranz zum vollständigen Erkalten bei Seite, worauf die Masse gröblich zerstossen und in gutverschlossenen Gläsern aufbewahrt wird. Aus obiger Mischung von 18 Pfunden wurden 10 ½ Pfund Schwefelleber erhalten.

Reines Schwefelkalium muss sich in destillirtem Wasser zu einer klaren, goldgelben Flüssigkeit lösen; ist sie trübe und lagert sich nach ruhigem Stehen ein weisser Niederschlag ab, so enthält sie Kieselerde oder Thonerde, ist derselbe grau oder schwarz Eisen, und dann ist statt Weinsteinkali Pottaschenkali zur Bereitung verwendet worden. Sieht der Bodensatz gelb aus, so ist freier Schwefel vorhanden, dessen Vorwalten entweder von einem unrichtigen Mengenverhältniss herrührt, oder, weil nicht lange genug geschmolzen wurde; das Schwefelkalium kann aus denselben Gründen auch kohlensaures Kali enthalten.

B. Gewöhnliches Schwefelkalium.

a) Auf trocknem Wege. 100 Pf. kohlensaures Kali, aus Pottasche bereitet, — man sehe weiter unten — und 50 Pf. gemahlener gelber Schwefel werden gemengt; das Gemenge wird in einem, zu ⅓ damit angefüllten, reinen gusseisernen Kessel einem lebhaften Feuer ausgesetzt. Sobald das Gemenge zu schmelzen anfängt, wird der Kessel locker mit einer eisernen Platte verschlossen und der Inhalt von Zeit zu Zeit mit einem Rührеisen durcheinander gearbeitet. Es wird so lange gefeuert bis die Masse

Digitized by Google

durchaus in vollständigem Fluss sich befindet und kein Aufblähen mehr Statt hat, worauf man, wie bereits oben bemerkt, eine herausgenommene Probe mit Wasser schüttelt; wenn kein Schwefel mehr ausgeschieden wird, schlägt man die flüssige Masse mittelst eines eisernen Löffels in einen andern, zuvor mit Oel ausgeriebenen kalten eisernen Kessel, den man sogleich gut bedeckt. Sobald die Masse sich so weit abgekühlt hat, dass sie spröde genug ist, wird sie gröblich zerstossen und in vorher tarirte Flaschen gegeben; dieselben werden gut verkorkt und mit Blase verbunden oder verpicht. Aus obigem Gemenge wurden 114 bis 115½ Pf., meistens 114½ Pf. Schwefelleber erhalten.

Sollte, was meistens eintritt, die Masse während des Schmelzens an den Seiten des Kessels sich entzünden, dann hat man den Kessel nicht nur durch die Eisenplatte, sondern auch durch auf den Kesselrand im Kreise herumgelegte Backsteine u. dgl. möglichst luftdicht zu verschliessen.

Diese gewöhnliche Schwefelleber, der man sich zu Bädern und auch für einige technische und metallurgische Zwecke bedient, enthält stets Kieselsäure und Thonerde, muss aber frei sein von freiem Schwefel und kohlensaurem Kali.

b) Auf nasssem Wege. Mehrere Jahre hindurch habe ich das Schwefelkalium durch Zersetzung von Schwefelcalcium hergestellt, weil die Fabrik eines Theils an diese Bereitungsweise gewöhnt war und anderntheils, weil wir oft eine so grosse Menge von Abfällen hatten, dass sie alle für andere Zwecke nicht verwerthet werden konnten und als Ballast hätten liegen bleiben müssen. Diese Abfälle bestanden in Rückständen vom Auflösen der Pottasche, in gelblich gefärbtem schwefelsaurem Kali, welches als solches unverkäuflich war, und in dergl. Kalisalzen mehr.

In eine aus starkem Eisenblech genietete Pfanne von 7′ Länge und bei 5′ Weite von 18 bis 20″ tief, werden 350 Pf. gebrannter Kalk mit Wasser zum dünnen Brei gelöscht, dann 500 Pf. gemahlener gelber Schwefel hineingerührt und angeheizt, worauf man in die Pfanne Wasser laufen lässt, bis dieselbe zu ⅔ ihres Rauminhaltes angefüllt ist. Man kocht unter stetem Umrühren mit einer hölzernen Ziehekrüke, so lange bis die Flüssigkeit eine dunkelgelbe Farbe angenommen hat, worauf man das Feuer etwas vorzieht und die Heizthüre offen lässt, um das Unaufgelöste sich absetzen zu lassen. Die abgeklärte Flüssigkeit wird in einen

Digitized by Google

hölzernen Bottich abgelassen und die Pfanne nochmals so weit mit Wasser gefüllt und ebenso verfahren wie das erste Mal. Der in der Pfanne befindliche Rückstand wird in einen, neben der Pfanne, aber ausserhalb des Gebäudes, dicht an der Wand und etwa 2 Fuss über dem Boden auf einem Gerüst stehenden grossen ovalen Bottich geschlagen, welcher von 6 bis 7′ lang, im weitesten Durchmesser von 5 bis 6′ Weite hat und von 2 ¾ bis 3′ tief ist. Die Pfanne wird mit Wasser nachgewaschen und dieses auf den Rückstand im Bottich gegeben, welcher dadurch ausgesüsst wird; die hier erhaltenen schwachen Laugen werden bei neuem Ansatz als Wasser zum Löschen des Kalks benutzt.

Die ersten und starken Laugen werden zurück in die gereinigte Pfanne gebracht und bis zu 9 bis 10° B. eingekocht, worauf man das schwefelsaure Kali, die Pottaschen- und übrigen Rückstände von kohlensaurem oder schwefelsaurem Kali (natürlich kein doppeltschwefelsaures Salz) der kochenden Lauge zusetzt, und durch fleissiges Umrühren das Auflösen des schwefelsauren Salzes zu beschleunigen sich bemühet, damit sich dasselbe nicht an den Pfannenboden festsetze und anbrenne.

Um zu erfahren, ob das Schwefelcalcium zersetzt sei, nimmt man etwas Flüssigkeit heraus, lässt erkalten und filtrirt sie von dem ausgeschiedenen Gyps ab; erzeugt sich auf Zusatz von kohlensaurer oder schwefelsaurer Kalisolution noch ein starker Niederschlag, dann hat man von den Rückständen noch mehr hinzuzusetzen. Es ist zu Ende der Arbeit am gerathensten dem schwefelsauren vor dem Pottaschenschlamm den Vorzug zu geben, da eher das erstere, als das Carbonat in der Flüssigkeit vorwalten kann; denn nachdem die Lauge zur genügenden Stärke eingekocht ist, scheidet sich das schwefelsaure Salz nach dem Erkalten zum grössten Theile krystallinisch wieder aus. Auch bei den anzustellenden Proben ist schwefelsaures Kali besser als Pottaschenlauge, weil bei Anwendung der letzteren zu leicht ein Irrthum entstehen kann, indem, wenn ein Hinterhalt von Gyps in der erzeugten Schwefelkaliumlauge sich befinden sollte, dieser durch das kohlensaure Salz zersetzt und ein Niederschlag, wenigstens eine Trübung entstehen würde.

Nach der vollständigen Zersetzung des Schwefelcalciums zieht man das Feuer etwas vor, lässt den Schlamm aus erzeugtem Gyps und kohlensaurem Kalk sich ablagern, zieht die klare Flüssigkeit in einen grossen Bottich, bringt auf den Rückstand halb so viel

Digitized by Google

Wasser, als der Stand der Lauge in der Pfanne ausmachte, erwärmt nochmals, rührt gut durch, lässt klären und zieht die Flüssigkeit gleichfalls in einen Bottich. Der Rückstand in der Pfanne wird auf den Filtrirtubben gebracht und mit Wasser ausgelaugt, dann aber fortgeworfen. Sämmtliche Laugen (aus der concentrirteren, zuerst aus der Pfanne abgelassenen, hat sich während des Erkaltens eine nicht unbeträchtliche Menge Gyps in feinen nadelförmigen Krystallen abgeschieden) werden in der vorher reingescheuerten und gut ausgewaschenen Pfanne oder in einem eisernen Kessel langsam und bis zu einer Stärke von 38 bis 40° B. = 1,360 bis 1,388 sp. G. eingekocht. Sobald die Lauge sich etwas abgekühlt hat, füllt man dieselbe in dichte grosse Bottiche, welche man durch aufgelegte Deckel vor dem Hineinfallen von Schmutz und dergleichen schützt. Der grösste Theil des in der Flüssigkeit aufgelöst gewesenen schwefelsauren Kali's, sowie sämmtlicher Gyps, hat sich während des Einkochens abgeschieden, eine Kleinigkeit des ersteren findet man nach Verarbeitung der Lauge an den Wänden der Bottiche hin und wieder in kleinen Krystallen abgesetzt.

Diese Schwefelkaliumlauge wurde auf Schwefelleber, zur Bereitung von Schwefelmilch und, mit Schwefelantimon behandelt, auf Goldschwefel benutzt.

Zur Darstellung der beiden letzgenannten Präparate wurden, ausser Pottaschenschlamm und schmutzigem krystallisirtem schwefelsaurem Kali, auch wohl Glaubersalzrückstände zur Zersetzung der Schwefelcalciumlauge verwendet.

Zur Zersetzung der aus 500 Pf. Schwefel und 350 Pf. Aetzkalk erhaltenen Schwefelcalciumlauge wurden verbraucht: 24 Pf. Aetzkalirückstand, 600 Pf. Pottaschenschlamm und 100 Pf. unverkäufliches schwefelsaures Kali, und es wurden 73 Eimer Lauge zu 40° B. gewonnen (ein Eimer Lauge zu 47 Pf.) ist = 3,431 Pf. Schwefelkalium in flüssiger Form, welches rasch hintereinander für die verschiedenen Zwecke aufgearbeitet wird, da es nicht gut ist eine so grosse Laugenmenge in hölzernen (offenen) Gefässen lange stehen zu lassen, denn man müsste sie in verschlossenen Säureballons aufbewahren, und selbst hier tritt nach und nach partielle Zersetzung ein.

Um aus dieser concentrirten Auflösung die gewöhnliche Schwefelleber herzustellen, wird eine beliebige Menge derselben (6 bis

Digitized by Google

7 Eimer voll) in einem reinen eisernen Kessel eingekocht, bis sie anfängt dicklich zu werden; dann hat man die Masse so lange zu rühren bis sie nicht nur bröcklich wird, sondern nach und nach wieder ziemlich dünnflüssig oder zähe, wie erwärmtes Pech erscheint. Man entfernt darauf alles Feuer, und sucht durch Luftzug den Kessel abzukühlen; die Masse wird in demselben in steter Bewegung erhalten und sucht man mittelst des Rühreisens die sich zusammenballenden Stücke möglichst zu zerkleinern. Der Kessel wird mit einer Eisenplatte bedeckt; nach dem Erkalten wird die Masse gröblich zerstossen und in Gläser gefüllt, welche man verkorkt und verbindet, oder verpicht.

Wenn gleich man auf diese Weise eine sehr gute Schwefelleber für den Gebrauch von Bädern u. dgl. m. erhält, welche in dieser Beziehung nichts zu wünschen übrig lässt, so ist die Arbeit dennoch umständlich und zeitraubend, und dürfte nur da und nur dann angewendet werden, wenn man nicht weiss, was man mit seinen Pottaschenrückständen beginnen soll und wenn Aetzkalk, Arbeitslohn und Brennmaterial billig sind.

Bei weitem leichter und schneller kommt man auf dem nassen Wege zum Ziele, wenn man 50 Pf. Pottaschenkali, 25 Pf. gemahlenen gelben Schwefel und 25 Quart (50 Pfund) Wasser in einem gusseisernen Kessel, unter fortwährendem Umrühren mit einem Rühreisen, so lange kocht, bis das Wasser verdampft ist und kein Aufblähen der Masse mehr Statt findet. Wenn eine herausgenommene Probe, mit Wasser behandelt, keinen Schwefel mehr fallen lässt, haben sich beide Körper vereinigt, und verfährt man mit der Arbeit des Erhitzens u. s. w. gerade so, wie vorhin angegeben worden ist. Sollte sich aber noch Schwefel abscheiden, muss man die Masse mit etwa 6 bei 8 Quart Wasser aufweichen und aufs Neue kochen.

Digitized by Google

Chlorkalium.

K Cl.

(Salzsaures oder hydrochlorsaures Kali, Digestivsalz; Kalium chloratum, Kali muriaticum seu hydrochloricum, Sal digestivum seu febrifugum Sylvii, Alkali vegetabile salitum; Chlorure de potassium, Muriate ou Hydrochlorate de potasse; Chloride of potassium, Muriate or Hydrochlorate of potassa.)

Chlorkalium wird bei mehreren Arbeiten als Nebenprodukt gewonnen; so erhielt ich dasselbe bei Bereitung der kohlensauren Magnesia durch Zersetzung der Kochsalzmutterlauge mittelst aufgelöster Pottasche in bedeutenden Mengen. Die nach Abscheidung der Magnesia verbliebene Lauge wird in einer Pfanne von Eisenblech bis zur Erscheinung einer Salzhaut eingekocht, und dann das Chlorkalium, bei verminderter Wärme, gerade wie das Kochsalz durch Aussoggen erhalten. Das niedergefallene Salz wird in über der Pfanne stehende Körbe geschlagen und mit kalter concentrirter Lauge desselben Salzes nachgewaschen, um die durch das Kochen ausgeschiedenen Magnesia-Antheile abzuspühlen; die allerletzte Lauge kann auf Brom benutzt werden.

Auch die sogenannte Unterlage der Seifensieder, welche nach dem Aussalzen (Zersetzung) der Kaliseife verbleibt, habe ich in ansehnlichen Mengen in der eisernen Pfanne eingekocht und dann in einem eisernen Kessel vollkommen eingetrocknet. Dieses Salzgemisch besteht dem grössten Antheile nach aus Chlorkalium. Das Chlorkalium von der Magnesia wurde mit dem Namen »Alaunfluss«, das von der Seife mit »Seifensiederfluss« bezeichnet; beide Artikel finden Anwendung in den Alaunwerken, wiewohl man dem ersteren, und mit Recht, den Vorzug gibt, ja dasselbe wird von vielen Alaunfabrikanten lieber angewandt als schwefelsaures Kali.

Die Alaunfabrikanten kaufen den Fluss nach dem (sogenannten) Procentgehalt. Sie halten zu dieser Prüfung eine Auflösung ihrer schwefelsauren Alaunerde vorräthig, welche ein bestimmtes spec. Gew. besitzt und sehen, wie viel 1 Th. des fraglichen Flusses (Digestivsalz, schwefelsaures Kali u. s. w.) mit einer bestimmten Menge ihrer Probeflüssigkeit an Alaun gibt, ohne weiter Rücksicht zu nehmen auf die Farbe des erzeugten Alaunmehls.

Die Administration der Alaunwerke zu Schwemmsal, im Königreich Preussen (Regierungsbezirk Merseburg), bedient sich zur

Digitized by Google

Prüfung des Chlorkaliums einer Lauge, welche dieselbe »Rohlauge« nennt, eine Auflösung von schwefelsaurer Thonerde ist, ein spec. Gew. von 1,20 (= 25° B.) bei + 17° C. besitzt. Ist daher diese Rohlauge, was sie bei längerem Stehen (in offenen Gefässen) gern thut, durch Verdunstung specifisch schwerer geworden, so muss sie durch Zugiessen von Wasser auf jene Normal-Dichtigkeit erst wieder herabgebracht werden.

Die Probe selbst anlangend, so werden von dem zu prüfenden ganzen Quantum der Salze, nachdem solches gehörig durchgeschaufelt worden, von verschiedenen Stellen des Haufens einige Hände voll genommen, diese in einem grossen Mörser gehörig durchgestossen und zwei verjüngte Proben, jede zu 4½ Quentchen, abgewogen. Zu jeder dieser Proben kommen 79¼ Quentchen der obgedachten Lauge von 1,20 sp. G. bei 17° C. in einem Becherglase, und wird dann das Salz in der Wärme, unter beständigem Umrühren, schnell aufgelöst, so dass nur ein Unbedeutendes vom Wasser verdampfen kann. Sobald dies geschehen, muss die Probe wieder auf 17° C. erkalten, die Flüssigkeit wird von dem Niederschlage (Rohalaun) dekantirt und dieser, der nicht ausgesüsst wird, auf Fliesspapier bei einer Wärme von 17° C. so lange getrocknet, bis keine wesentliche Gewichtsabnahme weiter bemerkbar ist. Diess pflegt in der Regel nach 24 Stunden der Fall zu sein. Stimmen nun die beiden, auf gleiche Weise behandelten, Proben überein, so kann man wohl versichert sein — wenn anders beim Probenehmen keine Fehler begangen — dass das Resultat der Probe richtig ist. Das Alaunwerk Schwemmsal bezahlte das Object Kali, welches zur Bildung von 2¼ Centner Pr. jenes Rohalauns — durch obige Probe gewonnen — diente, mit 1⅚ Thaler frei bis Schwemmsal.

4½ Quentchen schwefels. Kali lieferten aus 79¼ Quentchen Rohlauge zu 1,20 sp. G. bei 17° C. 24¾ Quentchen trocknen Niederschlag — Rohalaun —; also 1 Th. schwefelsaures Kali 5½ Th. Rohalaun.

4½ Quentchen Chlorkalium auf gleiche Weise behandelt, lieferten 22 Quentchen Rohalaun, also aus 1 Th. Chlorkalium wurden 4,89 Th. Rohalaun gewonnen.

Hiernach berechnete sich der Preis pro Centner des schwefelsauren Kali's auf $\frac{55 \times 5{,}5}{2{,}25}$ = 4 Thlr. 14 Sgr. 5 dl.

Digitized by Google

des Chlorkaliums auf $\frac{55 \times 4{,}89}{2{,}25}$ = 3 Thlr. 29 Sgr. 6 dl.

Ausser der Verwendung des Chlorkaliums für Alaunfabrikation kann dasselbe auch zur Erzeugung von Kalisalpeter benutzt werden, da salpetersaures Natron durch Chlorkalium vollkommen zersetzt wird. Ich habe über diese gegenseitige Zersetzung mehrere Versuche im Grossen angestellt, und bin mit den Resultaten sehr zufrieden gestellt worden.

50 Pf. durch Umkrystallisiren gereinigtes, natürliches salpetersaures Natron (Chilisalpeter) und 50 Pf. (Magnesia-freies) Chlorkalium wurden in kochend heissem Wasser zu einer Stärke von 32° B. gelöst, und die kochendheisse Auflösung bis zum Erkalten gerührt. Hiedurch schied man den grössten Antheil des gebildeten Kalisalpeters ab, welcher nachher in heissem destillirtem Wasser gelöst und der Krystallisation unterworfen wurde; man erhielt aus den Krystallisationen 47 Pf. salpetersaures Kali, dessen Auflösung durch Silbersolution nur leise getrübt wurde. Das Kochsalz schied man aus der ersten Lauge durch Soggen ab, und es wurden $51\frac{9}{16}$ Pf. erhalten, dem eine sehr geringe Menge Kalisalpeter anhing, welchen ich nicht im Stande war, davon zu trennen.

Es wurde einigemal reines Chlorkalium (Kalium chloratum purum; Chlorure de potassium purifié; Pure or purified chloride of potassium) verlangt, und versuchte ich das gewöhnliche durch Auflösen und Umkrystallisiren zu reinigen; jedoch erreichte ich meinen Zweck nicht vollkommen, wesshalb ich gezwungen war, dasselbe direkt aus Salzsäure und kohlensaurem Kali zu bereiten.

5 Pf. chemisch reine Salzsäure und $4\frac{7}{32}$ Pf. reines kohlensaures Kali mit destillirtem Wasser behandelt, gaben, in einer porcellanenen Schaale sehr langsam abgedampft, $3\frac{9}{32}$ Pf. sehr schönes, in weissen Würfeln krystallisirtes, dem Jodkalium vollkommen ähnliches Chlorkalium.

Digitized by Google

Bromkalium.

K Br.

(Hydrobromsaures Kali; Kalium bromatum, Kali hydrobromicum; Brômure de potassium, Hydrobrômate de potasse; Bromide of potassium, Hydrobromate of potassa.)

Unter dem Artikel Brom (S. 103) ist über die Gewinnung des Bromkaliums als Nebenprodukt das Nähere mitgetheilt worden. Bei der direkten Bereitung desselben habe ich zwei Wege versucht, einmal das Brom in Bromwasserstoffsäure überzuführen und diese mit Kalilauge zu neutralisiren, andererseits das Brom gleich mit Kalilauge zu behandeln.

Die erste Methode anlangend, so wird 1 Pf. Brom in einem grossen Cylinder mit 2 Pf. destillirtem Wasser übergossen und in das Brom selbst so lange Schwefelwasserstoffgas geleitet, bis die Flüssigkeit vollkommen ungefärbt erscheint. Die Flüssigkeit wird filtrirt, um den in derselben suspendirten Schwefel auszuscheiden, in einer Porcellanschaale für kurze Zeit zum Kochen erhitzt, um den überschüssigen Sehwefelwasserstoff zu vertreiben und dann, wenn nöthig, abermals filtrirt, worauf man dieselbe in die Schaale zurückgibt und mit Aetzkaliflüssigkeit bis zur Neutralisation oder doch nur höchst unbedeutenden alkalischen Reaction versetzt, wozu $1\frac{7}{8}$ Pf. derselben zu 36° B. verbraucht wurde. Die Flüssigkeit wird so weit eingedampft bis auf der Oberfläche derselben und namentlich am Rande der Schaale Pünktchen einer Krystallhaut sich zu zeigen beginnen, worauf man die Schaale auf einen kälteren Platz des Sandbades stellt und mit Papier locker bedeckt, für einen Tag stehen lässt; alsdann trägt man die Schaale an einen kalten Platz, um die Flüssigkeit auskrystallisiren zu lassen. Nach dem Erkalten sammele man die Krystalle auf einem Trichter und verfahre mit der übrigen Flüssigkeit wie das erste Mal. Sämmtliche Krystalle werden in gelinder Wärme getrocknet und in einem gutverschlossenen Glase aufbewahrt.

Durch langsames Eindampfen der Auflösung erhält man das Salz in schönen weissen Würfeln krystallisirt. Von 1 Pf. Brom wurden $1\frac{1}{2}$ Pf. Bromkalium erhalten.

Die andere Art besteht darin, dass man in eine tiefe Porcellanschaale oder in einen porcellanenen Hafen 5 Pf. Aetzkali-Lauge zu 36° B. giesst und, unter beständigem Umrühren mit

Digitized by Google

einem Glasstabe, so lange Brom in kleinen Mengen hinzufügt, bis die Lauge nicht mehr blassgelb, sondern röthlich gefärbt erscheint; zu den angewandten 5 Pf. Aetzlauge bedurfte man $2\frac{1}{8}$ Pf. Brom. Die erhaltene Flüssigkeit nebst dem krystallinischen Niederschlage (zugleich erzeugtes bromsaures Kali) wird in der Schaale zur Trockne verdampft, das Salz fein zerrieben und mit $\frac{1}{8}$ seines Gewichtes feingepulverter Holzkohle gemengt. Dieses Gemenge wird in kleinen Portionen in einen rothglühenden eisernen Tiegel oder in einen tiefen kleinen eisernen Kessel getragen und damit ebenso verfahren, wie bereits unter »Brom« bei der Darstellung des Bromkaliums, als Nebenprodukt, angegeben wurde. Von $2\frac{1}{8}$ Pf. Brom erhielt man $3\frac{1}{16}$ Pf. Bromkalium, in weissen würfelförmigen und octaëdrischen Krystallen.

Hatte ich dieses Präparat direkt anzufertigen, dann habe ich meistens die zuerst angegebene Methode angewandt, weil ich dieselbe nicht so umständlich fand, als die letztere.

Das Bromkalium ist luftbeständig, ohne Geruch, schmeckt scharf salzig, verknistert wie Kochsalz, schmilzt in der Hitze ohne sich zu zersetzen, löst sich in 4 Th. kaltem und gleichen Th. kochendem Wasser auf, und ist auch in Alkohol auflöslich. Das Salz kann kohlensaures, bromsaures und schwefelsaures Kali, sowie Chlorkalium und Schwefelkalium enthalten, wenn eines Theils nicht genügend reine Materialien verwendet, oder andernfalls, wenn bei der Bereitung desselben sorglos verfahren wurde.

Jodkalium.

K J.

(Hydrojodsaures Kali; Kalium jodatum, Kali hydrojodicum; Jodure de potassium, Hydriodate de potasse; Jodide of potassium, Hydriodate of potassa.)

In einen Glascylinder von 15 bis 16″ Höhe und 5 bis 6″ weit, werden 2 Pf. Jod gegeben, darauf füllt man den Cylinder zu $\frac{1}{4}$ seines Inhaltes mit destillirtem Wasser an und leitet dergestalt Schwefelwasserstoffgas (auf die in dem Artikel »Schwefelwasserstoffwasser« angegegebene Weise entwickelt) hinein, dass

Digitized by Google

die halbzöllige Glasröhre etwa $\frac{3}{4}$ bis $\frac{7}{8}$" über dem Boden des Cylinders mündet. Das Gemisch muss fleissig mit einem Glasstabe umgerührt und der ausgeschiedene und in Klumpen sich zusammenballende Schwefel öfters herausgenommen und zerbröckelt werden, damit das in denselben eingeschlossene Jod dem Schwefelwasserstoffgase mehr Berührungspunkte bieten kann.

Man leitet so lange Gas hinein, bis die Flüssigkeit vollkommen entfärbt ist, worauf man dieselbe filtrirt und den ausgeschiedenen Schwefel mit Wasser nachwäscht, um alle Jodwasserstoffsäure zu erhalten. Die filtrirte Flüssigkeit wird in einer porcellanenen Schaale zum Kochen erhitzt, um den vorhandenen Schwefelwasserstoff zu entfernen und, wenn erforderlich, wird sie wieder filtrirt, worauf man dieselbe entweder mit einer concentrirten Auflösung des gereinigten kohlensauren Kali's, oder b e s s e r mit Aetzkaliauflösung (zu 1,33 sp. G.) vollkommen neutralisirt, oder doch die Base kaum merklich, nicht im Mindesten aber die Säure prädominiren lässt. Hierauf muss die Flüssigkeit nochmals filtrirt werden, und dann verdampft man sie so weit, bis hie und da auf deren Oberfläche und an den Seiten der Schaale Partikelchen einer Salzhaut sich zeigen. Um ansehnliche und vollkommen ausgebildete Krystalle zu erhalten, thut man wohl, die Schaale lose mit Papier bedeckt an einen mässig warmen Platz auf dem Sandbade, und zwar auf drei oder vier etwas von einander entfernt liegende Backsteine zu stellen; im andern Falle bringt man die Schaale an einen kalten Ort. Das Abdampfen bis zur Krystallisation wird so oft wiederholt, bis nur noch wenig Mutterlauge verbleibt, welche bei einer neuen Bereitung desselben wieder mit verarbeitet werden kann. Die Krystalle werden auf einem Trichter gesammelt, nachdem die anhängende Lauge abgetropft ist, in einer flachen Porcellan- oder Glasschaale in der Wärme ausgetrocknet und in verschlossenen Gläsern aufbewahrt.

Um 2 Pf. Jod zu hydrogenisiren, wurde das Schwefelwasserstoffgas aus $2\frac{1}{2}$ Pf. Schwefeleisen und 17 bis $17\frac{1}{2}$ Pf. diluirter Schwefelsäure entwickelt, erfordert und, um die gebildete Jodwasserstoffsäure zu neutralisiren, gebrauchte man von $2\frac{1}{16}$ bis $2\frac{3}{4}$ Pf. Aetzkalilauge zu 36° B.; die Ausbeute betrug von $2\frac{1}{3}$ bis $2\frac{5}{8}$ Pf. Jodkalium.

Ich habe das Präparat hunderte von Malen nach dieser Methode bereitet, weil mir dieselbe einfacher erscheint, als die vielleicht allgemein übliche, durch direkte Behandlung des Jods mit

Digitized by Google

Kalilauge, Abdampfen, Glühen u. s. w., jedoch habe ich selten mehr als $2\frac{9}{16}$ Pf. von 2 Pf. Jod, und nur einigemal $2\frac{5}{8}$ Pfund erhalten.

Das Jodkalium krystallisirt in weissen Würfeln, Octaëdern und Dodecaëdern, ist geruchlos, schmeckt salzig, scharf, bitterlich, hält sich in trockner Luft unverändert, zieht in feuchter Luft Wasser an und wird feucht ohne zu zerfliessen, löst sich in $\frac{3}{4}$ Th. kaltem Wasser auf, in 6 Th. Weingeist; es schmilzt in der Rothglühhitze, ohne zersetzt zu werden, verflüchtigt sich aber etwas in dieser Temperatur. Dasselbe ist zu prüfen: auf kohlensaures, schwefelsaures und jodsaures Kali (wenn das Salz nach der oben beschriebenen Methode bereitet wurde, kann es durch jodsaures Kali nicht wohl verunreinigt sein), auf Chlorkalium und auf Schwefelkalium

Einmal, im Winter 1829/30, als ich das Jodkalium auf die stets von mir befolgte Weise wieder darstellte, erhielt ich indess nicht die milchweissen Würfel und Octaëder, sondern wasserhelle, durchsichtige Prismen. So oft ich diese Krystalle wieder auflöste, stets kamen dieselben durchsichtigen Prismen zum Vorschein.

Da ich vermuthete, ein Wassergehalt möge die Durchsichtigkeit und prismatische Form der Krystalle hervorgebracht haben, wurde das Salz in einem locker bedeckten Porcellantiegel der Rothglühhitze ausgesetzt. Nach dem Wiederauflösen der geglühten Masse in destillirtem Wasser, Filtriren der erhaltenen Auflösung und Abdampfen zur Krystallisation, schossen abermals bloss die durchsichtigen Prismen an. Das Salz war vollkommen rein, ohne jedwede fremdartige Beimischung.

Worin diese Erscheinung begründet gewesen sein möge, kann ich mir bis heute noch nicht erklären.

Digitized by Google

Geschmolzenes Cyankalium.

$$7\,KCy + 3\,(KO + Cy\,O).$$

(Geschmolzenes blausaures Kali; Kalium cyanatum fusum, Kali hydrocyanicum fusum; Cyanure de potassium fondu, Hydrocyanate ou Prussiate de potasse; Cyanide of potassium; Hydroc. or Pr. of potassa.)

Zwei Pfund gelbes Blutlaugensalz werden zu feinem Pulver zerrieben und in einer flachen eisernen Schüssel über nicht zu starkem Kohlenfeuer (Holzkohle oder gut ausgebrannte Coke's) vollkommen ausgetrocknet. Hierauf vermische man das Pulver mit $\frac{1}{4}$ Pf. ebenfalls feinzerriebenem kohlensaurem Kali (aus Weinstein bereitet), und trage das Gemisch mittelst eines eisernen Löffels nach und nach in einen schwachrothglühenden hessischen Tiegel. Man lässt denselben so lange im Feuer, bis alles durchgehends flüssig geworden ist, und ein hineingetauchter Glasstab sich mit einer glänzenden klaren Flüssigkeit überzieht, die beim Erkalten zu einer vollkommen weissen, nicht mehr gelblich gefärbten Masse erstarrt. Sobald dieser Zeitpunkt eingetreten ist, wird der Tiegel aus den Kohlen gehoben, derselbe noch kurze Zeit mit der Zange über dem Feuer gehalten, um die in der Masse umherschwimmenden schwärzlichen Flocken zu Boden sinken zu lassen und dann in eine ausgedrehte, blanke eiserne Schaale gegossen. Sobald die Masse zu erstarren anfängt, zerschlage man sie in kleinere Stücke und bewahre sie in einem gut verschlossenen Glase auf. Es wurden aus obigen Gewichtsmengen $1\frac{1}{16}$ Pf. Cyankalium erhalten, welches zugleich cyansaures Kali erhält.

Dieses Cyankalium erscheint in vollkommen weissen Stücken, welche einen krystallinischen Bruch haben. In dem Salze dürfen keine schwärzlichen Punkte — metallisches Eisen — sichtbar sein, im anderen Falle ist unvorsichtig ausgegossen worden. In reinem Wasser muss sich das Salz zur vollkommen ungefärbten Flüssigkeit auflösen. Dasselbe kann kohlensaures und schwefelsaures Kali und Chlorkalium enthalten.

Digitized by Google

Schwefelcyankalium.

$$K + Cy S_2.$$

(Schwefelblausaures Kali; Kalium cyanatum sulphuratum, Kali sulpho-hydrocyanicum; Sulfocyanure de potassium, Hydrosulfocyanate de potasse; Sulphocyanide of potassium, Hydrosulphocyanate of potassa.)

Zwei Pfund feinzerriebenes gelbes Blutlaugensalz, welches in der Wärme vollkommen ausgetrocknet ist, werden mit 12 Unzen gleichfalls feinzerriebenen und scharf ausgetrockneten, reinen kohlensauren Kali's und 22¼ Unze gewaschener Schwefelblumen innig vermengt. Das Gemenge erhitzt man in einem bedeckten hessischen Tiegel, welcher davon etwa zur Hälfte gefüllt wird, bei langsamem Feuer so lange, bis Alles gleichförmig schmilzt, worauf man 10 bis 15 Minuten lang ein etwas stärkeres Feuer gibt, bis der Tiegel anfängt, schwach roth zu glühen. Obiges Gemenge kann auch in einem Glaskolben, den man tief in den Sand eingesetzt, geschmolzen werden. Nach dem Erkalten wird die Masse zerstossen, wobei, hat man einen Kolben angewandt, derselbe zerschlagen werden muss; auch der Tiegel zerbricht nicht selten beim Herausbringen seines Inhaltes. Die zerstossene Masse laugt man mit destillirtem Wasser aus, filtrirt, dampft in einer porcellanenen Schaale ein und lässt krystallisiren.

Die erhaltenen Krystalle werden auf einem Trichter gesammelt, möglichst schnell in gelinder Wärme getrocknet und in einem gut verschlossenen Glase aufbewahrt. Die allerletzte Mutterlauge, welche etwas kohlensaures Kali enthält, kann, wenn man den Rest des Schwefelcyankaliums durchaus abscheiden will, mit Alkohol behandelt werden, welcher dasselbe auflöst, das kohlensaure Kali aber zurücklässt. Aus obigen Gewichtsmengen wurden $1\frac{9}{16}$ Pf. Schwefelcyankalium erhalten.

Das Schwefelcyankalium krystallisirt in farblosen gestreiften Prismen, schmeckt salzig kühlend, zerfliesst an der Luft, löst sich in Wasser und heissem Weingeiste leicht auf, schmilzt in der Wärme; es färbt Eisenoxydauflösungen blutroth. Dieses Salz kann durch kohlensaures Kali, Chlorkalium und Kalium-Eisencyanür verunreinigt sein.

Digitized by Google

Kohlensaures Kali.

$KO + CO_2$.

(Unvollkommen kohlenstoffsaures Kali, Weinsteinsalz, Luftsaures Gewächsalkali; Kalium [oxydatum] carbonicum, Kali carbonicum, Kali subcarbonicum, Sal tartari, Alkali vegetabile aëratum; Carbonate de potasse, Sel de tartre; Carbonate of potassa, Salt of tartar.)

a. Gereinigtes kohlensaures Kali. (Gereinigte Pottasche; Kali carbonicum depuratum, Cineres clavellati depurati; Carbonate de potasse purifié; Purified potash.)

Der Inhalt eines Fasses ungarischer oder illyrischer Pottasche, 500 bis 800 Pf., welche ich, und namentlich bei Bereitung der kohlensauren Magnesia, als die besseren Sorten erkannt habe — hin und wieder war auch aus der Weser-Gegend bezogene Pottasche von sehr guter Qualität — wird in einen eisernen Kessel gebracht; man lässt alsdann etwa 3 Theile heisses Wasser aus einem andern Kessel oder aus einer Pfanne auf die Pottasche laufen und sucht durch Umrühren mittelst eines grossen eisernen Spatels (Rührеisen) alle festen Klumpen aufzuschliessen, damit ein gleichförmiger dünner Brei entstehe. Nachdem die Flüssigkeit (nach etwa 2 Tagen) sich geklärt hat, wird die klare Lauge in einen reinen eisernen Kessel gebracht und Feuer gegeben; auf den Rückstand im Auflösekessel giesst man noch einige Eimer kaltes Wasser, rührt gut um, lässt wieder absetzen und klären; die geklärte Lauge wird der ersten im Kochkessel befindlichen beigegeben, der Rückstand aber, nebst den an den Seiten des Auflösungskessels ausgeschiedenen Salzen, als Pottaschenschlamm, auf schwefelsaures Kali u. dgl. m. benutzt.

Man kocht die Lauge zu 48 bis 49° B. = 1,500 bis 1,516 spec. Gew. ein, und füllt dieselbe nach dem Erkalten in einen reinen eisernen Standkessel, welcher stets zum Aufbewahren dieser Lauge dient; das während des Kochens und Erkaltens ausgeschiedene Salz gibt man dem Pottaschenschlamm bei.

Von dieser 48 bis 49 grädigen Lauge wird eine beliebige Quantität (5 bis 8 Eimer voll) in einem blanken eisernen Kessel eingedampft und, wenn dieselbe anfängt dünnbreiig zu werden, unter stetem Umrühren mit einem eisernen Spatel bis zur Trockne abgeraucht. Das trockne Salz siebt man durch ein trocknes, nicht zu feines Sieb, aus Eisendraht geflochten; die gröberen

Digitized by Google

Stücke werden in einem trocknen rostfreien Mörser gestossen, gleichfalls durchgesiebt, und in gutverkorkten und mit Blase verbundenen, oder verpichten Flaschen an einem trocknen Orte aufbewahrt.

Das so dargestellte gereinigte Pottaschenkali stellt ein gröbliches, weisses oder fast weisses Pulver dar; dasselbe enthält selten Spuren von schwefelsaurem Kali und meistens nur geringe Mengen von Chlorkalium, dabei aber Kieselerde, Thonerde, Eisen u. dgl. und, wenn diese in nicht zu grosser Menge, so ist deren Gegenwart zu entschuldigen.

b. Reines kohlensaures Kali. (Weinsteinkali, Weinsteinsalz; Kali carbonicum purum seu e tartaro, Sal tartari verum; Carbonate de potasse pur; Pure carbonate of potassa.)

50 Pf. gereinigter Weinstein in Krystallen werden in einem eingemauerten eisernen Kessel, unter öfterem Durcharbeiten mit einem Rühreisen, so lange erhitzt und zuletzt geglüht, bis kein Rauch mehr aus dem Kessel emporsteigt. Sobald eine von der Oberfläche der durchweg rothglühenden Masse genommene Probe sich, unter Abscheidung von Kohle, ohne Färbung auflöst, wird das Feuer entfernt und der Kesselinhalt mittelst eines eisernen Löffels auf eine reine Eisenplatte gegeben. Wenn der Kessel sich ziemlich abgekühlt hat, wird er halb mit destillirtem Wasser angefüllt, Feuer gegeben, die gröblich zerstossene Masse ausgekocht und vollkommen ausgelaugt. Die durch einen leinenen Spitzbeutel klar filtrirte Flüssigkeit kocht man in einem anderen blanken eisernen Kessel bis zu 40 ° Stärke ein und füllt dieselbe, wenn erkaltet, in einen Steintopf zum Absetzen. Nach 12 oder 16 Stunden wird die Lauge nochmals filtrirt, im silbernen oder blanken eisernen Kessel zur Trockne abgedampft, das zerriebene und durchgesiebte, noch warme Salz in gut zu verschliessende Glasflaschen gegeben und an einem trocknen Platze aufbewahrt. Es wurden 17½ Pfund kohlensaures Kali von sehr weisser Farbe erhalten.

Unternimmt man das Brennen des Weinsteins, um zugleich die brandigen Produkte zu gewinnen, dann hat man sich, im Kleinen einer eisernen oder gläsernen Retorte, und im Grossen einer eisernen Blase mit eisernem oder besser stark gebranntem irdenem Helm und Rohr, als Zersetzungsapparat zu bedienen. Von 100 Pf. rohen Weinstein (Tartarus ruber seu crudus) wurden

Digitized by Google

erhalten: $23\frac{1}{2}$ Pf. reines kohlensaures Kali, $8\frac{3}{4}$ Pf. Weinsteinspiritus (Acidum pyro-tartaricum, Spiritus tartari, Liquor pyrotartaricus; Acide pyrotartarique, Esprit de tartre; Pyrotartaric acid, Spirit of tartar) und $5\frac{1}{4}$ Pf. brandiges Weinsteinöl (Oleum tartari empyreumaticum seu foetidum; Huile de tartre empyreumatique; Empyreumatic oil of tartar). Der Weinsteinspiritus ist eine rothbraune, brenzlich riechende Flüssigkeit, im rectificirten Zustande farblos oder schwach gelblich gefärbt; das Weinsteinöl ist dickflüssig, dunkelbraun bis schwarz von Farbe und von höchst unangenehmen Geruch.

c. Chemisch reines kohlensaures Kali (Kali carbonicum purissimum) habe ich nur erhalten können, wenn ich reines essigsaures Kali — man sehe weiter unten — und wie bereits bei der Darstellung des reinen Aetzkali's angegeben worden ist, in der Hitze zersetzte.

Die durch Behandlung der schwarzen Masse mit destillirtem Wasser erhaltene Auflösung wird nach und nach im silbernen Kessel eingekocht und darauf, unter Umrühren mit einem Spatel aus Buchen- oder Pappelholz gefertigt, zur Trockne abgeraucht und, noch warm, in gut zu verschliessende Gläser gefüllt.

Auch aus zweifachkohlensaurem Kali, wenn dasselbe und wie sich von selbst versteht, ohne fremde Beimischung ist, habe ich durch Glühen im Silbertiegel oftmals ein ganz gutes Präparat erhalten; jedoch gebe ich der Darstellung desselben aus reinem essigsaurem Kali den Vorzug.

Das aus dem essigsauren Kali bereitete kohlensaure Salz erscheint als ein schneeweisses krystallinisches Pulver von scharfem laugenhaftem Geschmack, muss vollkommen frei sein von Essigsäure, Schwefel- und Salzsäure, sowie von Eisen, Kupfer, Kieselerde und anderweitigen Verunreinigungen.

Um den Gehalt der Pottasche an kohlensaurem und ätzendem Kali zu ermitteln, habe ich mich sowohl des Descroizille'schen Alkalimeter, als auch des durch Gay-Lassac verbesserten bedient. Erfahrungsmässig neutralisiren 104 Th. conc. reiner Schwefelsäure von einem spec. Gew. = 1,84 genau 100 Th. reines wasserleeres Kali und, um nicht für jede Probe die Säure mit Wasser verdünnen zu müssen, hielt man sich stets einige Pfunde Probesäure in einer Flasche mit Glasstöpsel vorräthig. Diese Probeflüssigkeit wird aus 100 Th. reiner conc. Schwefelsäure von

Digitized by Google

1,84 sp. G. bei + 15 ° C. und 962 Th. destillirtem Wasser gemischt, d. i. 5 Unzen reine Schwefelsäure zu 1,84 sp. Gew. und 3 Pf. und 48 Gran destillirtes Wasser.

Ueber die Anwendung des Alkalimeters sehe man das Weitere unten, bei dem Artikel »Natron«.

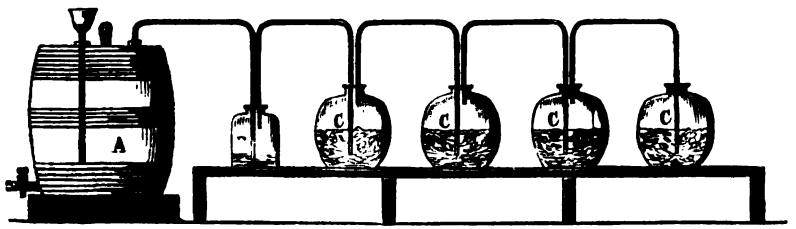
Zweifach-kohlensaures Kali.

$$(KO + CO_2) + (HO + CO_2.)$$

(Doppeltkohlensaures Kali, Kalibicarbonat; Kalium oxydatum bicarbonicum, Kali bicarbonicum, K. carbonicum acidulum; Bicarbonate de potasse; Bicarbonate of potassa.)

Zur Darstellung des Bicarbonats bediente man sich eines Woulf'schen Apparates in grösserem Massstabe, bestehend aus einem aus hartem Holze luftdicht gefertigtem und durch Röhren mit Säureballons verbundenem Fasse.

Fig. 53.



Das Gasentwicklungsfass A ist von $2\frac{3}{4}'$ bis $3'$ hoch, aus hartem Holze luftdicht gefertigt und hat im Oberboden drei, im Dreieck einander gegenüberstehende, Löcher von verschiedenen Dimensionen. Das eine derselben ist von 2 bis $2\frac{1}{4}''$ weit, und wird während der Operation mit einem gutpassenden Holzpflock verschlossen, das zweite hat von $1\frac{5}{8}$ bis $1\frac{3}{4}''$ im Durchmesser, in welches eine etwa $2\frac{1}{2}''$ hohe hölzerne Röhre fest eingeschroben wird; diese Röhre dient zur Aufnahme eines hartgebrannten irdenen Trichters, welcher etwa $4''$ über dem Boden des Fasses

Digitized by Google

mündet; in die dritte $1\frac{1}{2}$" weite Oeffnung wird gleichfalls eine etwa $2\frac{1}{2}$" hohe hölzerne Röhre von 1" Lichtenweite fest eingeschroben, welche die nach der Waschflasche führende, im Lichten von $\frac{5}{8}$ bis $\frac{3}{4}$" weite, Bleiröhre aufnimmt. Die Waschflasche wird mit dem ersten Säureballon durch eine $\frac{3}{4}$" mindestens $\frac{5}{8}$" weite Glasröhre verbunden, und so geschieht die Verbindung der übrigen Ballons untereinander gleichfalls nur durch Glasröhren.

Etwa 1 bis $1\frac{1}{4}$" über dem Unterboden des Fasses ist ein rundes Loch eingebohrt, welches während der Operation mit einem Holzpflocke oder durch einen dichten Hahn verschlossen ist und dazu dient, nach Beendigung derselben den dünnen Brei auszuwaschen oder die Lauge abzulassen.

Ich habe die Kohlensäure aus gemahlener Kreide mittelst verdünnter Schwefelsäure, in späteren Jahren aber, und mit mehr Vortheil, aus in kleine Stücke zerbrochenem Kalkstein oder Kalkspath und Salzsäure von 17 bis 20° Stärke entwickelt.

Bei der Zusammenstellung des Apparates werden drei bis vier Ballons, welche nebst der Waschflasche auf einem langen und niedrigen Tische stehen, eine jede gut zur Hälfte mit einer Pottaschenauflösung von $42\frac{1}{2}$ bis 43° B. = 1,420 bis 1,428 sp. G. gefüllt; erhalten durch Vermischen jener 48 bis 49 grädigen Lauge mit destillirtem Wasser, welcher unter dem Artikel »kohlensaures Kali« Erwähnung geschehen ist; in der Waschflasche wird etwa 1 bis $1\frac{1}{2}$" hoch Wasser vorgeschlagen. Nachdem man durch die weiteste Oeffnung des Fassbodens so viel zerschlagenen kohlensauren Kalk hineingebracht hat, dass dessen Unterboden etwa 3" hoch damit bedeckt ist, wird so viel Wasser nachgegossen bis dasselbe etwa 6" hoch im Fasse steht, worauf man den Holzpflock fest einsetzt. Hiernächst steckt man den Trichter ein und lässt ihn, wie oben bemerkt, etwa 4" über dem Unterboden münden; ist die hölzerne Röhre etwas zu weit für die Trichterröhre, dann füllt und dichtet man den Zwischenraum mit Korkstückchen aus. In den anderen hölzernen Tubus wird das kürzere Ende des Bleirohrs ebenfalls dicht eingesetzt und, wenn nöthig, werden gleichfalls Korkabfälle dazu verwendet. Auf die Waschflasche legt man eine 2 löcherige gebrannte Thonscheibe und führt durch deren Löcher eins das längere Ende der bleiernen Röhre so weit ein, dass sie etwa $\frac{1}{2}$" bis $\frac{5}{8}$" tief in das vorgeschlagene Wasser reicht. In das andere Loch der Thonscheibe wird das kurze Ende einer zweischenkligen Glasröhre gesteckt und der Schenkel

Digitized by Google

in den zunächststehenden halb mit Pottaschenlauge angefüllten Ballon so weit hineingeleitet, dass dieselbe etwa 3" über dem Boden des Ballons mündet. Auf dieselbe Weise verbindet man auch die übrigen Ballons untereinander. Damit die durch die Löcher der Thonscheiben gesteckten Röhren nicht abwärts rutschen können, umwickelt man sie an den geeigneten Stellen drei- bis vierfach mit dickem Bindfaden, um ihnen einen Stützpunkt zu geben. Zum Verkitten sämmtlicher Fugen an dem zusammengesetzten Apparate bediene man sich jenes oft erwähnten aus Mehlbrei und Gyps bestehenden Kittes und verbinde ausserdem noch mit Packleinwand, wobei übrigens zu bemerken, dass die Oeffnung des letzten Ballons nicht verklebt, sondern nur mit einer Thonscheibe bedeckt sein darf. Man thut wohl, das Fass, ehe man es in Gebrauch nimmt, mit einem sehr dünnen Kalkbrei, dem man etwas süsse Milch zugesetzt hatte, einigemal zu überziehen, oder man gibt demselben einen Ueberzug von Steinkohlentheer, Pech und Schwerspath.

Nachdem der Apparat in einem kalten Lokale, am besten im luftigen Keller sorgfältig auf- und zusammengestellt ist und die Verkittungen trocken geworden, giesse man durch den Trichter eine Portion gewöhnlicher Salzsäure von obenbesagter Stärke ein und fahre, wenn das Brausen grösstentheils aufgehört hat, mit dem Nachgiessen fort. Wenn nach weiterem Zugiessen von Säure keine oder wenig Gasentwicklung Statt findet, muss der Holzpflock aus dem Oberboden gezogen, mehr kohlensaurer Kalk nachgegeben und dann die Oeffnung mit dem Spunde wieder fest verschlossen werden. Sollte während der Arbeitsdauer die Flüssigkeit in dem Fasse sich zu sehr anhäufen, dann hat man ebenfalls aus dem Oberboden den Pflock herauszuziehen, durch den über dem Unterboden befindlichen Hahn die grösste Menge der neutralen Chlorcalciumlauge in ein Gefäss abzulassen, wieder zu verschliessen und etwas Wasser in das Fass nachzugiessen, wobei natürlich Sorge zu tragen ist, dass die Trichterröhre wie vorhin unter der Flüssigkeit mündet, und das weite Loch im Oberboden wieder fest zugespundet werde. Hierauf wird, wie vorhin, durch den Trichter portionenweis Salzsäure nachgegossen und so lange Kohlensäure entwickelt und durch die Flüssigkeiten getrieben, bis in einer aus der letzten Flasche genommenen, mit destillirtem Wasser verdünnten und filtrirten Probe, auf Zusatz von Bitter-

Digitized by Google

salzauflösung keine, oder nur noch sehr geringe Trübung erfolgt, worauf die Operation als beendigt angesehen werden kann.

Sollte während der Operation aber die eine oder die andere der Glasröhren, und namentlich in den beiden ersten Ballons, sich durch krystallisirtes Salz verstopfen, was vorkommen kann, wenn die Röhren nicht mindestens $\frac{9}{16}$" weit sind, so muss man dieselbe unterbrechen, die verstopften Röhren herausnehmen, vom Salze befreien und dann diesen Theil des Apparates wieder zusammensetzen. Das Durchleiten des kohlensauren Gases erfordert einen Zeitaufwand von zwei Tagen, wobei der beaufsichtigende Arbeiter indess noch andere Arbeiten in der Nähe verrichten kann.

Die Inhalte der beiden ersten Flaschen werden sammt dem ausgeschiedenen Salze in den silbernen Kessel gegeben, weil derselbe nicht gross genug ist, um Alles auf einmal zu fassen; derselbe wird in's Sandbad gestellt. Man erhitzt höchstens bis zu 60° C. und unterstützt das Auflösen der Krystalle durch langsames Umrühren mit dem silbernen Spatel, worauf die Lauge durch weisse Leinwand (mit übergelegtem Druckpapier) in Schüsseln von Steingut filtrirt, um sie von der ausgeschiedenen Kieselerde zu befreien, und für einige Tage zur Krystallisation in den Keller gestellt wird; mit den Inhalten der beiden anderen Ballons verfährt man auf gleiche Weise.

Die ausgeschiedenen Krystalle werden auf Trichtern gesammelt, die rückständige Lauge aber wird in den irdenen Schüsseln, in gelinder Wärme, zur Hälfte verdunstet, wiederum zur Krystallisation an den früheren Platz gestellt, und wiederholt man das Verdunsten nochmals. Das aus sämmtlichen Krystallisationen erhaltene und auf Trichtern zum Abtropfen befindliche Salz wird, auf Druckpapier ausgebreitet, an der Luft getrocknet und dann in gut verschlossenen Gläsern an einem kühlen Orte aufbewahrt. Die allerletzte Lauge wird für andere Zwecke in der Fabrik oder, zur Trockne abgeraucht, als einfach kohlensaures Kali benutzt.

Das zweifach kohlensaure Kali krystallisirt in luftbeständigen, wasserhellen Rhombenoctaëdern und rhombischen Tafeln, ist geruchlos und von milde salzigem, hintennach etwas laugenhaftem Geschmack, wird an der Luft nicht feucht, reagirt kaum etwas alkalisch, löst sich in 4 Th. kaltem und $\frac{5}{6}$ Th. kochendem Wassers auf und erfordert von kochendem Alkohol 1200 Th. desselben zur Auflösung. Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch einfach

Digitized by Google

kohlensaures Kali, Schwefelsäure, Chlor, Kieselerde u. dgl. m.

Eine Auflösung des Quecksilberchlorids muss in zweifach kohlensaurer Kalisolution einen vollkommen weissen Niederschlag hervorbringen; ist derselbe bei seinem Entstehen gelblich oder bräunlich gefärbt, dann enthält das Präparat einfach kohlensaures Salz.

Schwefelsaures Kali.

$KO + SO_3$.

(Doppelsalz, Vitriolisirter Weinstein, Polychrestsalz; Kalium oxydatum sulphuricum, Kali sulphuricum, Arcanum duplicatum, Tartarus vitriolatus, Sal polychrestum Glaseri; Sulfate de potasse; Sulphate of potassa.)

Schwefelsaures Kali wird wohl selten oder niemals direkt dargestellt, da dasselbe so häufig als Nebenprodukt bei verschiedenen chemischen Arbeiten gewonnen wird und den wesentlichen Bestandtheil des Pottaschenschlammes (jenes Rückstandes, welcher, beim Aufweichen der Pottasche mit Wasser, nach dem Klären der Lauge verbleibt) ausmacht. Da die Mutterlauge verschiedener Salinen schwefelsaures Magnesia-Kali und dasselbe oft in nicht unansehnlichen Mengen enthält, so scheidet man das schwefelsaure Kali in Fabriken, welche mit derartigen Salzwerken in direkter Verbindung stehen, auch aus der Mutterlauge ab, indem man das in Wasser gelöste Doppelsalz durch kohlensaures Kali zersetzt. Hierdurch resultiren schwefelsaures Kali und kohlensaure Magnesia, allein die letztere fällt, obgleich von schön weisser Farbe, dennoch zu körnig, in Stücken nicht zusammenhängend genug und, für den Handel, zu schwer aus. Hierüber bei den Magnesiasalzen ein Mehreres.

Um dieses Salz aus den Nebenprodukten und Abfällen abzuscheiden, wird entweder der Pottaschenschlamm für sich verarbeitet, oder dessen Gehalt an kohlensaurem Kali dazu benutzt, das zweifach schwefelsaure Kali von der Salpetersäuredestillation in einfach schwefelsaures Salz überzuführen.

Digitized by Google

Man bedarf zu dieser Neutralisation einer bleiernen Pfanne. Dieselbe (6 bis 7′ lang, 5 bis 6′ breit und 10 bis 12″ tief) wird zur Hälfte mit Wasser angefüllt und angefeuert; wenn dasselbe stark heiss ist, löst man etwa 300 Pf. des doppeltschwefelsauren Kali's unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel darin auf und setzt so viel Pottaschenschlamm hinzu, bis die Flüssigkeit etwas alkalisch reagirt. Nachdem etwa ½ Stunde länger erhitzt und während der Zeit gut umgerührt wurde, untersucht man die Stärke der trüben Flüssigkeit. Zeigt eine herausgenommene Probe nach dem Erkalten noch keine 9 bis 10° B., dann gibt man mehr Wasser nach, so dass die Pfanne zwischen ⅔ bis nahezu ¾ gefüllt wird, löst noch 150 bis 200 Pf. saures Salz auf und setzt, sobald dasselbe zergangen, eine genügende Menge Pottaschenschlamm oder, wenn dessen Gehalt an kohlensaurem Kali nicht ausreichen sollte, so viel rohe Pottasche hinzu, bis die Lauge kaum alkalisch reagirt. Man feuert nun nahe zum Kochen; wenn nach öfterem Umrühren eine erkaltete Probe 15 bis 16° Stärke hat und auf der Oberfläche eine Krystallhaut sich zeigt, wird das Feuer entfernt, die Lauge in einen mit Blei ausgelegten Klärbottich gebracht, welcher mit 3 bis 4 über einander befindlichen Hähnen versehen ist, und durch einen passenden Deckel verschlossen. Nach 3 bis höchstens 4 Stunden ruhigen Stehens hat sich das Unlösliche zu Boden gesetzt; die klare Flüssigkeit wird erst durch den oberen Hahn, dann durch den 2. und endlich durch den 3. langsam abgelassen, und läuft in einer hölzernen Rinne in Bottiche zum Krystallisiren ab; der untere dicht über dem Boden sitzende Hahn dient zum Ablassen der trüben Flüssigkeit in einen besonderen Tubben, in welchem dieselbe mit Wasser verdünnt und bei neuen Ansätzen als Wasser oder beim Einkochen klarer, auskrystallisirter Laugen mit zugesetzt wird. Die erste Pfanne voll Lauge wird Morgens gemacht, auf den Klärbottich gebracht und die Pfanne für den Nachmittag wieder halb mit Wasser gefüllt, so dass gleich nach dem Mittagessen erst die Pfanne wieder angefeuert und dann erst die geklärte Lauge in den Bottich zum Krystallisiren abgelassen wird. Man lässt die in den unverbleieten und unbedeckten Krystallisationsbottichen befindliche Lauge 2 Tage, oder bis sie beinahe aber doch noch nicht ganz erkaltet ist, stehen, zieht sie dann mit einem bleiernen Heber so schnell als möglich ab und gibt sie zum Einkochen zurück in die ganz reingewaschene Bleipfanne; durch Schrägstellen der Bottiche sucht

Digitized by Google

man die letzte Lauge herauszuschöpfen. Nachdem die Lauge zu 17 bis 18° B. eingekocht worden, wird sie zurück in die Bottiche gegeben, ohne vorher das Salz herausgenommen zu haben, und, da ihr Volumen sich vermindert hat, füllt man so viele der Bottiche wieder voll, als die Lauge ausreicht. Wenn die Lauge so weit wieder erkaltet ist als das erste Mal, bringt man sie zurück in die Pfanne und gibt Feuer. Die in den Bottichen angeschossenen Krystalle fallen, durch Anschlagen mittelst eines hölzernen Hammers an die Aussenseiten derselben, leicht ab; sie werden in flachen, auf niedrige Tubben gestellten Körben mit Wasser gewaschen und auf mit Papier belegten Horden getrocknet; das Waschwasser kocht man mit ein. Hat die in der Pfanne befindliche Lauge durch Einkochen jene Stärke wieder erlangt, dann wird sie zurück in die Bottiche zum Krystallisiren gegeben und so weiter verfahren, wie bereits angegeben worden ist.

Durch öfteres Einkochen der Lauge erhält das aus derselben abgeschiedene Salz oftmals eine gelbliche Farbe; tritt dieser Umstand ein, dann hat man ein solches Salz zu sammeln, später in reinem Wasser aufzulösen und die Auflösung krystallisiren zu lassen, wodurch wieder ein ungefärbter Artikel erhalten wird.

Lässt man die Lauge zu lange über den Krystallen, dann erhalten deren Spitzen oftmals eine gelbliche Farbe, während sie an allen übrigen Stellen ungefärbt und glänzend sind, wesshalb es rathsam ist, die Lauge nicht völlig über denselben erkalten zu lassen.

Ausser diesem in einzelnen Krystallen vorkommenden schwefelsaurem Kali ist noch ein anderes im Handel bekannt, welches sich nur durch die äussere Form von jenem unterscheidet; wenn das erstere »in Krystallen« genannt wird, so hat das letztere die Bezeichnung »in Scheiben« erhalten.

Es ist das schwefelsaure Kali »in Scheiben« nichts anderes, als eine aus kleinen Laugenmengen schneller angeschossene und in kleinen Krystallen zusammenhängende Salzmasse. Um dasselbe zu erhalten, wird die in der Pfanne befindliche klare Lauge so stark gemacht, dass sie, bis zum Kochen erhitzt, mit einer Salzhaut überzogen ist. Man entfernt dann das Feuer, lässt sie ½ Stunde ruhig stehen, zieht die klare Lauge ab und füllt damit irdene Satten (Schüsseln) von 6 bis 10 Quart haltend, welche man an einen, vor dem Hineinfallen von Schmutz gesicherten, kühlen Platz stellt; den andern Tag wird die über den aus-

Digitized by Google

geschiedenen Krystallen stehende Lauge zurück in die Pfanne gegeben, wieder bis zur Erscheinung einer Salzhaut gekocht und zurück auf den ersten Anschuss gebracht. Nach dem Erkalten wird die Lauge abermals in die Pfanne gegossen und eingekocht. Je zwei von den Schüsseln, welche das in Rinden zusammenkrystallisirte Salz enthalten, werden mit ihren Oeffnungen aneinander auf eine dritte, leere Schüssel gestellt, um die anhängende Lauge abtröpfeln zu lassen, und demnächst bringt man dieselben zum Austrocknen in die Trockenkammer. Die Salzmasse kann, mit einiger Vorsicht, in einem Stück, ganz und gar in der Form der Schüssel, herausgenommen und, wenn noch nicht völlig trocken, muss sie auf mit Papier belegten Horden nachgetrocknet werden. Diese Salzmasse wird zweckgemäss in 4 bis 5 " lange und 3 bis 4" breite Stücke zerbrochen und zu 50 bis 100 Pf. zwischen blaues Papier in Kisten verpackt.

Das Scheibensalz besteht meistentheils aus aneinanderhängenden 4seitigen Prismen, dahingegen das in den Bottichen erhaltene Salz — in der Regel — als doppeltsechsseitige Pyramiden erscheint, welche Glasglanz haben und ungefärbt sind.

Das schwefelsaure Kali ist geruchlos. schmeckt bitter, salzig, etwas scharf, ist luft- und feuerbeständig, schmilzt in starker Rothglühhitze, löst sich in 12 Th. kaltem und in 4 Th. kochendem Wasser auf, nicht in Alkohol. Es kann verunreinigt sein: durch Kalk, Magnesia, Thonerde, Salzsäure, Glaubersalz, Eisen, Kupfer, Zink und möglicherweise auch Arsenik enthalten.

Die allerletzten Laugen, welche dunkelgefärbt sind und alkalisch reagiren, thut man am besten, falls keine andere Verwendung dafür vorliegt, zur Trockne abzurauchen und zu glühen, weil die dunkele Farbe meistens von organischen Substanzen herrührt, um die trockne Masse alsdann bei neuen Ansätzen wieder zu verwerthen.

Digitized by Google

Chlorsaures Kali.

$KO + Cl O_5$.

(Oxydirtsalzsaures oder überoxygenirt- oder überoxydirtsalzsaures Kali, Knallsalz; Kalium oxydatum chloricum, Kali chloricum, Kali muriaticum oxygenatum seu hyperoxygenatum seu hyperoxydatum; Chlorate de potasse, Muriate de potasse suroxygèné, Poudre brontique; Chlorate or Oxymuriate of potassa.)

Wie bereits bei der Darstellung des Chlorwassers angegeben ist, wurde in früheren Jahren das Chlor durch gegenseitige Einwirkung von Schwefelsäure, Kochsalz und Braunstein, in späterer Zeit dagegen durch Zersetzung von Salzsäure mittelst Braunstein von mir entwickelt. Ganz dasselbe gilt bei der Erzeugung des chlorsauren Kali's und, anstatt früherhin das Chlorgas in eine Pottaschenlauge zu leiten, führe ich seit den letzten 20 bis 23 Jahren dasselbe in ein Gemisch von Kalkbrei und Pottaschenauflösung, oder in ein Gemisch von Kalkbrei und Chlorkaliumauflösung ein.

Das Chlorkalium anlangend, so wurde dasselbe als Nebenprodukt erhalten, eine Zeitlang aber durch Zersetzung einer grossen Quantität angekauften schwefelsauren Kali's mittelst Chlorcalcium dargestellt; auch kann man das bei der Bereitung des chlorsauren Kali's als Nebenprodukt gewonnene Chlorcalcium durch Pottaschenlauge zersetzen und so sich auf diese Weise Chlorcalium verschaffen, wenn man das erstere nicht auf andere Art vortheilhaft verwerthen kann; nur muss das Chlorcalcium vorher natürlich mit Wasser verdünnt werden. Nach der Zersetzung bringt man das dünnbreiige Gemisch auf den Filtrirbottich oder auf ein grosses über einen hölzernen Rahmen ausgespanntes Tuch; die ablaufende Auflösung des Chlorkaliums kann bei dem nächsten Ansatze zum Vermischen des Kalkbreies direkt verwendet werden, ohne nöthig zu haben, vorher das Salz durch Einkochen derselben erst auszusoggen, da sich aus dem Flüssigkeitsstande und der Grädigkeit der Auflösung leicht der Gehalt des trocknen Chlorkaliums finden lässt, und ist es am geeignetsten, die Auflösung — um sicher zu gehen — bei einer Temperatur von 12 ° R. (= 15° C.) auf ihre Grädigkeit zu prüfen. 100 Wasser nehmen bei + 15 ° C. 33,295 Chlorkalium auf, die Auflösung besitzt ein sp. G. von 1,179 = 22° B. und enthält 24,98 % Salz. Um sich eine bei + 15° C. gesättigte Auflösung zu verschaffen, wurde in 50 Grammen destillirten Wassers so lange geschmolzenes,

Digitized by Google

reines Chlorkalium aufgelöst bis nichts mehr aufgenommen wurde und die Solution genau die erwähnte Temperatur zeigte; es waren dazu 16,6475 Grammen des Salzes erforderlich.

66,6475 : 16,6475 = 100 : x = 24,9784313 oder fast 25 Procent.

Chlorkaliumsolution.

Grade.	Procente.	Grade.	Procente.
1	$1\frac{1}{8}$	12	$13\frac{3}{5}$
2	$2\frac{1}{4}$	13	$14\frac{3}{4}$
3	$3\frac{1}{3}$	14	$15\frac{9}{10}$
4	$4\frac{1}{2}$	15	17
5	$5\frac{3}{5}$	16	$18\frac{1}{6}$
6	$6\frac{4}{5}$	17	$19\frac{1}{4}$
7	$7\frac{9}{10}$	18	$20\frac{2}{5}$
8	9	19	$21\frac{1}{2}$
9	$10\frac{1}{4}$	20	$22\frac{7}{10}$
10	$11\frac{1}{3}$	21	$23\frac{4}{5}$
11	$12\frac{1}{2}$	22	$24\frac{9}{10}$

Bei der Entwickelung des Chlors aus Kochsalz, Braunstein und Schwefelsäure wurde eine bleierne Blase angewandt, und die Pottaschelauge in gläsernen Säureballons oder in grossen irdenen Gefässen vorgeschlagen. Von 210 Pf. Kochsalz oder 230 Pf. Digestivsalz (K Cl), 126 Pf. Braunstein und 250 Pf. 66grädiger Schwefelsäure mit 200 Pf. Wasser gemischt und — einer Pottaschelauge, in welcher 50 Pf. trocknes kohlensaures Kali enthal-

Digitized by Google

ten, wurden 11⅛ Pf. reines chlorsaures Kali gewonnen. Bei der Verarbeitung des Braunsteins mit Salzsäure wendet man zur Entbindung des Chlors sowohl, als auch zur Absorption desselben Gefässe aus Sandstein an. Kann man den Sandstein in grossen Stücken haben, dann ist es am besten, das Gefäss aus einem Stück hauen zu lassen; wenn nicht, so lässt man bei dem Entwickelungsgefässe nur das Bodenstück flachkesselförmig aushauen, hauet aber oben, nach Aussen zu, einen Falz ein, um die Seitenwände einzusetzen, verdichtet die Fugen mit dem bei der Zusammensetzung der Salzsäure-Condensatoren (m. s. dort) angegebenen Kitt und zwängt das Bodenstück und die Seitenplatten mit eisernen Ankern und Reifen zusammen. Sind sämmtliche Stücke von vorn herein gut an einander gefalzt und mit dem Kitt gut verstrichen, dann lässt das Gefäss in Bezug auf die Dichtigkeit der Fugen nichts zu wünschen übrig. Die Absorptionsgefässe, welche kleiner, werden ein jedes aus einem Stück gefertigt, oder sie werden wie das Entbindungsgefäss aus Böden und Seitenstücken zusammengesetzt. Man nimmt einen feinkörnigen und den dichtesten Sandstein, welchen man bekommen kann und, ehe die ausgehauenen Gefässe in Arbeit oder die zugerichteten Stücke der Gefässe zusammengefügt werden, tränkt man sie — wie bei den Condensatoren für Salzsäure angegeben wurde — einigemal mit heissem Steinkohlentheer, dem man feingemahlenen Schwerspath beigemengt hatte. Man wendet auch wohl steinerne Gefässe mit gusseisernen Böden von 2 bis 2½″ Stärke an, um das Auflösen des Braunsteins durch untergelegtes Feuer zu unterstützen, doch habe ich solche Gefässe nicht bewährt gefunden; in diesem Falle lässt man an den flachkesselförmigen Boden einen breiten nach aussen 3″ hinaufstehenden Falz angiessen, in welchen die Steinwände eingesetzt und mit Cement verdichtet werden.

Digitized by Google

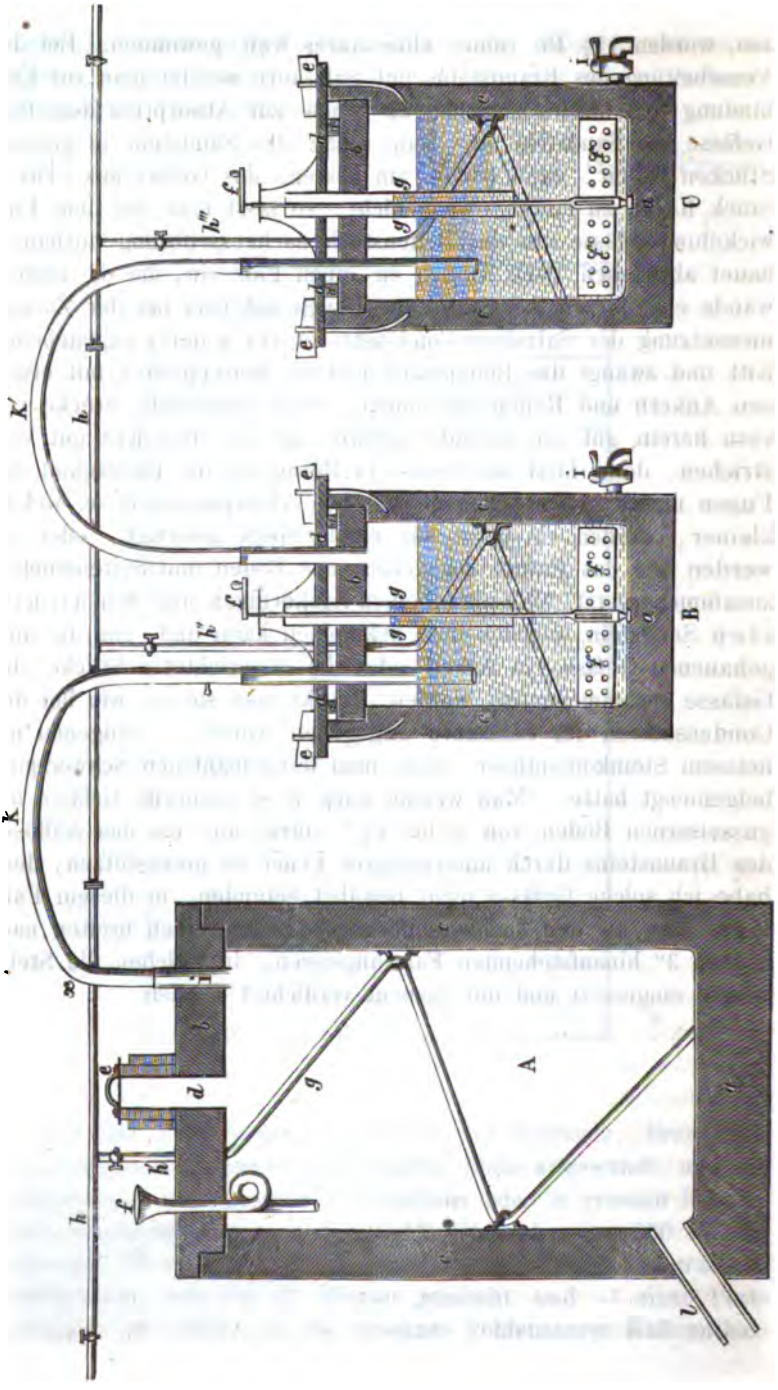


Fig. 54.

Digitized by Google

Das Chlorentbindungsgefäss A ist vom Boden a bis unter den Deckel b 5′ im Lichten hoch, der Boden ist 9″ und der Deckel 6″ stark; die Weite des Gefässes beträgt 3½′ im Lichten und die Seiten c c sind 6″ stark. Der Hals d zum Eintragen des Braunsteins und ⅔ bis ¾ Theile der erforderlichen Salzsäure-Menge ist 4½ bis 5″ weit von ½ zölligem Blei gefertigt, und an den Seiten und der Unterseite des Deckels fest eingesetzt. Um den Hals herum ist ein cylindrisches Gefäss angebracht, welches mit Wasser gefüllt wird (Wasserlutum) und den Deckel e aufnimmt, der durch das Wasser und eine umgelegte Thonwulst gedichtet wird. Der gekrümmte bleierne Trichter f *(Goose-neck)* dient zum Nachgiessen von Säure; g ist ein eisernes Dampfrohr, welches von einem enganliegenden Bleirohre umschlossen ist, in Windungen durch das Gefäss A geht und dicht über dem Boden aus demselben wieder heraustritt; es wird mittelst ½ zölligen Bleilappen *(lead-straps)*, welche in die Seitenwände eingelassen sind, festgehalten. h h ist das gemeinschaftliche Dampfrohr, oberhalb h′ wird beim Oeffnen des Hahns Dampf in A eingelassen; i ist ein 2½″ im Lichten weites und von ⅜″ starkem, gewalztem Blei gefertigtes Rohr, zur Anbringung des bleiernen Verbindungsrohres k; die Abflussröhre l ist von ⅜ zölligem Gusseisen und mit ⅛″ starkem Blei ausgefuttert, so, dass dieselbe eine Lichtenweite von 4″ hat.

Ein jedes der Absorptions- oder Kalkgefässe B und C ist vom Boden a bis unter den Deckel b 33″ im Lichten hoch und 24″ weit; der Boden ist 6″, der Deckel 4″ und die Wände c c sind ebenfalls 4″ stark. Den Sandsteindeckel b verklebt man ringsum mit Thon, alsdann werden kreuzweis gelegte Riegel d d d d, von welchen die oberen durch Splinte e e angedrückt werden, möglichst angetrieben. In dem Absorptionsgefässe ist eine Rührvorrichtung (Agitator) f mit kreuzweis gestellten Flügeln angebracht, welche durch ein bleiernes Sicherheitsrohr g hindurch geht, das bis zur Mitte des Gefässes hinabreicht; h″ ist ein Rohr, durch welches man von h Dampf einlassen kann und das durch, in die Wände eingesetzte, Bleilappen festgehalten wird. Durch ein in den Deckel b eingehauenes, 2½ bis 3 zölliges Loch, welches mit einem gutpassenden Stopfer verschlossen und durch einen der Riegel d angedrückt wird, giesst man mittelst eines weiten Bleitrichters die chlorkaliumhaltige Kalkmilch in das Gefäss ein, und durch den Hahn i wird, nach Beendigung der Operation, die

Digitized by Google

Lauge abgelassen; das bleierne Verbindungsrohr k' führt das in B nicht absorbirte Chlor nach C über.

Statt steinerner Kalkgefässe können auch hölzerne angewendet werden, nur sind diese — wenn auch billiger — nicht so dauerhaft als erstere. Bei Zusammensetzung des ganzen Apparates stellt man die Kalkfässer, von dem Entbindungsgefässe aus, nicht hinter-, sonder nebeneinander und zwar so, dass sie in gleicher Entfernung von A zu stehen kommen; der Grund dafür wird weiter unten einleuchten.

Die Beschickung der Gefässe anlangend, so fertigt man zuerst das Kalkhydrat an, welches, wenn genugsam erkaltet, auf der Handmühle durchgesiebt wird. Von diesem Hydrate gibt man 150 Pf. (= 114 Ca O) in einen bleiernen Kessel, rührt dasselbe nach und nach mit 8 Eimern (= 96 Quart) Wasser zu einem gleichförmigen Brei an, setzt diesem 50 Pf. Chlorkalium und 6 bis 6½ Eimer Wasser hinzu, und erwärmt unter stetem Umrühren bis zur Auflösung des Salzes; wendet man statt des trocknen Salzes vorhandene — stärkere oder schwächere — Lauge an, so muss bei der Mischung, ausser den Salzprocenten, selbstverständlich auch auf den Wassergehalt der Lauge Rücksicht genommen werden, und weise ich dessfalls auf die oben niedergelegte kleine Tabelle hin. Mit dieser Mischung beschickt man eins der Kalkgefässe und fertigt für das andere ein gleiches Gemisch an; die 3 zöllige Oeffnung im Deckel desjenigen Kalkgefässes, welches durch das Bleirohr k mit dem Entbindungsgefässe A direkt in Verbindung steht, wird mit dem Stopfer verschlossen, mit Thon verwahrt und, wie oben gesagt, mit einem der Riegel d angedrückt; die Oeffnung in dem Deckel des zweiten Kalkgefässes C bleibt offen. Sodann giesst man durch den Hals d des Entbindungsgefässes A etwa 12 Eimer (144 Quart) Wasser und 2000 Pf. rohe Salzsäure von 15 bis 17° B. Stärke, welche man vorher in Ballons abgewogen hatte, schüttet darauf 840 Pf. gemahlenen Braunstein hinein, versieht den Hals mit dem Deckel e und einer Thonwulst, füllt den Trichter f mit Wasser, führt durch das Rohr h' Dampf ein, um die Entbindung des Chlors zu befördern und leitet zu gleicher Zeit auch durch Oeffnen der Röhren h'' h'' Dampf durch die milchige Flüssigkeit der Kalkgefässe. Der Zusatz des Wassers zur Säure geschieht, um das Chlor nicht zu rasch zu entwickeln. Von Zeit zu Zeit werden die Rührvorrichtungen in B und C in Bewegung gesetzt, um dem Chlor Be-

Digitized by Google

rührungspunkte genügend darzubieten und, wenn die Laugen eine Temperatur von 85 bis 90 ° C erhalten haben, was man durch das offengelassene Loch im Deckel des zweiten Gefässes durch's Thermometer leicht findet, wird der Dampf abgesperrt, weil später dann deren Inhalte durch die Absorption des Chlors sich nach und nach von selbst erwärmen, künstliche Erwärmung also unnöthig wird. Wenn nach Verlauf von 10 bis 12 Stunden die Verbindungsröhre k anfängt bei x sich abzukühlen und das, beim Oeffnen eines bei y in derselben angebrachten und mit einem Bleistöpsel verschlossenen Löffelchens heraustretende Gas feuchtgemachtes Lackmuspapier nur noch schwach bleicht, schraubt man oberhalb h' einstweilen den Dampf ab, giesst durch den Trichter f noch 600 Pf. Salzsäure von der obenangegebenen Stärke nach, lässt wieder Dampf durch und verschliesst das Loch y wieder dicht mit dem Bleistöpsel. Nach 4 bis 5 Stunden wird das Rohr k bei x wieder kalt werden und, sobald nun das beim Oeffnen des Loches y heraustretende Gas nassgemachtes Lackmuspapier kaum noch bleicht, ist die Chlorentwickelung als beendigt anzusehen. Im entgegengesetzten Falle wird das Löchelchen wieder verschlossen und mit der Arbeit bis zu dem genannten Zeitpunkte fortgefahren. Man kann indess die Arbeit auch zu weit ausdehnen und, in diesem Falle, wird beim Oeffnen des mehrfach genannten Loches vorgehaltenes Lackmuspapier nicht mehr gebleicht, sondern geröthet werden; ein sicheres Zeichen für die Beendigung der Operation ist das Erkalten der Verbindungsröhre bei x. Hierauf sperrt man den Dampf oberhalb h' ab, lüftet den Deckel e etwas und lässt nach etwa einer Stunde den Rückstand durch das Rohr l fortlaufen oder bewahrt ihn in, mit Thonwänden umgebenen Cisternen zur Verarbeitung auf Manganchlorür auf, welches man bei der Schmelzwärme durch Wasserdampf in Manganoxyd (und salzsaures Gas) zerlegen kann. Man nimmt nun die Riegel d von dem Kalkgefässe B ab, öffnet das mit Stöpsel versehene Loch im Deckel b, fügt der im Gefässe befindlichen etwas trüben Lauge 2½ bis 3 Eimer Wasser hinzu, und lässt durch die Röhre h'' so lange vollen Dampf hindurchstreichen, bis sich kein Geruch nach Chlor mehr entwickelt. Sodann lässt man die Lauge durch den Hahn i in jenen vorher reingewaschenen bleiernen Kessel ab, dessen man sich zum Auflösen des Chlorkaliums in der dünnen Kalkmilch bedient hatte, setzt noch 2 Eimer Wasser hinzu, erhitzt zum Sieden, entfernt darauf sämmtliches Feuer,

Digitized by Google

verschliesst den Kessel mit einem gutpassenden Deckel und lässt absetzen. Nach Ablagerung von Schmutz wird die Flüssigkeit mittelst eines bleiernen Hebers klar abgezogen, und der trübe Rückstand durch einen Spitzbeutel filtrirt. Man füllt die Flüssigkeit in grosse irdene Schüsseln, stellt sie an einen kühlen Ort, sammelt nach 24 stündigem Stehen die ausgeschiedenen Krystalle auf einem grossen irdenen oder gläsernen Trichter und verdunstet die rückständige Lauge auf's Neue zur Krystallisation. Die Krystalle des zweiten Anschusses werden gleichfalls auf dem Trichter gesammelt, die hier verbleibende Mutterlauge aber hebt man zur gemeinschaftlichen Verarbeitung mit der aus dem Kalkgefäss C zu gewinnenden Lauge auf.

Das zweite, das Gemisch von Chlorkalium, Kalkhydrat und Wasser enthaltende Gefäss wird nun das erste, indem man dasselbe durch das Rohr k mit dem Chlorentbindungsgefässe verbindet, das Fülleloch im Deckel mit dem steinernen oder bleiernen Stöpsel verschliesst und die vier Riegel andrückt, während man in das andere Kalkgefäss eine neue Mischung von 50 Pf. Chlorkalium, 150 Pf. Kalkhydrat und 14 Eimer Wasser bringt, dasselbe mit dem andern Gefässe durch die Röhre k' verbindet und jetzt in diesem das Loch offen lässt. Mit dem Füllen des Entwicklungsgefässes mit Wasser, Säure und Braunstein, und mit dem daraus zu entbindenden Chlor, so wie mit dem Erhitzen der zu erhaltenden Lauge, Abklären und Krystallisiren derselben verfährt man ebenso, wie bereits angegeben worden ist, und macht man so viel derartige Ansätze, als man chlorsaures Kali zu bereiten beabsichtigt. Sollte nach dem dritten oder vierten Verdunsten die Lauge zu einem krystallinischen Magma erstarren, dann wird sie mit etwas Wasser übergossen, in welchem sich das mit angeschossene Chlorcalcium bald vollständig auflöst, das vorhandene chlorsaure Kali dagegen grösstentheils zurückbleibt. Die ganze Menge des erhaltenen chlorsauren Kali's wird durch Umkrystallisiren gereinigt, auf mit Papier belegten Horden und mit Papier bedeckt, um das Auffallen von Schmutz und kohligen Theilen zu verhüten, bei gelinder Wärme in einer eigens für diesen Zweck benutzten Trockenkammer, durch welche in eisernen Röhren heisse Luft hindurchstreicht, getrocknet.

Von 200 Pf. Chlorkalium, 600 Pf. Kalkhydrat (= 456 Pfund reinem Aetzkalk), 3,360 Pf. Braunstein und 10,400 Pf. Salzsäure zu 16° B. wurden 290¼ Pf. reines chlorsaures Kali erhalten.

Digitized by Google

Den als Nebenprodukt gewonnenen salzsauren Kalk benutzt man, wie Eingangs dieses Artikels gesagt, zur Zersetzung von rohem schwefelsaurem Kali, für Bereitung von chlorsaurem Kali oder. hat man Absatz dafür, so wird derselbe zur Trockne gebracht und geglüht.

Das reine chlorsaure Kali krystallisirt in perlmutterglänzenden, schief rhombischen Tafeln, schmeckt kühlend, widrig, ist geruchlos, luftbeständig, löst sich in 16 Th. kaltem und 2 Th. kochendem Wasser, aber nur in 120 Th. Alkohol von 80 % auf; die Lösungen reagiren neutral. In der Hitze schmilzt es, entwickelt Sauerstoffgas und verwandelt sich zuletzt ganz in Chlorkalium. Mit brennbaren Körpern als Kohle, Schwefel u. s. w. zusammengerieben, verursacht es Detonationen, die selbst bei geringen Mengen gefährlich werden können. — Die gewöhnlichste Verunreinigung dieses Salzes ist die mit Chlorkalium, wesshalb eine Auflösung des reinen chlorsauren Kali's durch Silbersolution nicht getrübt werden darf. Ausserdem ist das Salz auf Chlorcalcium, Eisen und auf beigemengten Salpeter zu prüfen.

Da der Braunstein in sehr grossen Quantitäten in chemischen Fabriken zur Bereitung von chlorsaurem Kali, und namentlich zu der des Chlorkalks verbraucht wird, und derselbe im Handel häufigst gemahlen und sehr verschieden in seinem Procentgehalt an darin befindlichem activem Sauerstoff vorkommt, so ist es nöthig denselben vor dem Ankauf, vorzüglich aber vor seiner Verarbeitung auf seine Stärke zu prüfen. Es gibt der Prüfungsarten des Brannsteins mehrere, von denen ich das von Otto mitgetheilte Verfahren meistens angewendet habe:

Dasselbe gründet sich darauf, dass das aus Braunstein und Salzsäure entbundene Chlor reinen Eisenvitriol in schwefelsaures Eisenoxyd und Eisenchlorid umwandelt. Man wiegt 100 Gran fein gepulverten Braunstein und 634 Gran reinen Eisenvitriol als die 100 Gran reinem Braunstein entsprechende Menge ab, übergiesst ersteren mit $1\frac{1}{2}$ Unze starker Salzsäure und $\frac{1}{2}$ Unze Wasser, fügt portionenweis Eisenvitriol hinzu, rührt um, bis herausgenommene Proben mit Kalium-Eisencyanid so eben eine Spur von blauem Niederschlag erzeugen, ein Beweis, dass nur ein kleiner Ueberschuss an Eisenvitriol hinzugekommen ist, und Chlor sich nicht mehr entbindet. Gegen das Ende wird geringe Erwärmung angewendet. Durch Wiegen des rückständigen Eisenvitriols findet man die verbrauchte Menge. — Gesezt, es wären

Digitized by Google

nur 580 Gran verwendet worden, so enthält der geprüfte Braunstein in 100 Theilen:

634 : 100 = 580 : x = 91,5 Procent Superoxyd, oder 16,78 Theile activen Sauerstoff. — Sobald bei vorstehender Prüfung die anfangs schwarze Flüssigkeit anfängt heller zu werden, muss man mit dem Zusatze des Eisenvitriols vorsichtiger sein.

Um zu erfahren, wie viele Procente Chlorgas der geprüfte Braunstein zu entwickeln fähig ist, braucht man nur die Zahl der verbrauchten Menge Eisenvitriol mit 0,1294 zu multipliciren; z. B. 580 × 0,1294 = 75,05 % und — nach der Anzahl der zu gebenden Chlorprocente wird der Braunstein, vorzüglich der gemahlene, gemeiniglich im Handel verkauft.

Jodsaures Kali.

$$KO + JO_5.$$

(Oxyjodsaures Kali; Kalium oxydatum jodicum, Kali jodicum, Kali oxyjodicum; Jodate de potasse; Jodate of potassa.)

Als die Bereitung des jodsauren Kali's von mir verlangt wurde, stellte ich dasselbe in der ersten Zeit auf die Weise dar, dass ich Jod mit Aetzkaliauflösung behandelte und das zugleich erzeugte Jodkalium durch Alkohol entfernte; später bereitete ich mir ein Jodchlorür, welches ich mit Aetzkali sättigte.

Da das letzte Verfahren vortheilhafter erschien, wurde es nachher stets befolgt.

Das nöthige aus Chlorkalium, Braunstein und Schwefelsäure entwickelte Chlorgas wurde in ein Gefäss geleitet, in welchem sich Jod mit destillirtem Wasser angerührt befand, dasselbe verband man durch eine zweischenklige Glasröhre mit einem andern Gefässe, in welchem Wasser vorgeschlagen wurde. Nachdem das Jod gänzlich verschwunden war und sich in eine röthlichgelbe Flüssigkeit verwandelt hatte, wurde die Arbeit als beendigt angesehen. Der Inhalt der zweiten Flasche bestand in Chlorwasser, welches durchaus frei von Jod, der ersten Flüssigkeit beigegeben

Digitized by Google

wurde. Man gab die gemischte Flüssigkeit in eine porcellanene Schaale, erwärmte und neutralisirte durch Aetzkali, gab zurück in eine Flasche und leitete nochmals Chlor hindurch. Die wasserhelle Flüssigkeit wurde durch Abdampfen concentrirt und zum Erkalten bei Seite gestellt; die erhaltenen Krystalle sammelte man auf einem Trichter und dampfte die Flüssigkeit weiter zur Krystallisation ein. Diess wurde so oft wiederholt, bis ein würfliges Salz mit zu krystallisiren anfing.

Das erhaltene jodsaure Kali reinigte man durch Wiederauflösen in reinem Wasser, Abdampfen und Krystallisation; die auf einem Trichter gesammelten Krystalle wurden mit etwas Alkohol abgespühlt.

Die Mutterlaugen nebst dem allerletzten Salze enthielten Chlorkalium und Jodverbindung, und um eine richtige Calculation machen zu können, wurde beides in eine Retorte gegeben, Salpetersäure zugesetzt, eine Vorlage angefügt und bis zur Trockne destillirt, wodurch man aus derselben Jod in Substanz wieder erhielt.

Es ist mir bekannt, dass man das jodsaure Kali jetzt noch einfacher durch Zusammenschmelzen gleicher Atome chlorsauren Kali's und Jodkalium herstellt, allein diese Methode war zu jener Zeit, als ich den Artikel zu bereiten hatte, noch nicht bekannt.

Das jodsaure Kali krystallisirt in kleinen weissen Säulen, die luftbeständig sind, löst sich in 14 Th. kaltem Wasser, nicht in Alkohol. Es kann Chlor- und Jodkalium und kohlensaures Kali enthalten, und seine Auflösung darf durch Silbersolution nicht getrübt werden.

Calculation:

42 Pf. Chlorkalium,
14 Pf. Braunstein,
24 Pf. conc. Schwefelsäure,
Blase, Thonkitt und Bindfaden,
} zur Chlorentwickelung,
¼ Malter Holz,
5 Pf. Aetzkali,
3¼ Pf. Jod,
⅝ Pf. Salpetersäure,
Arbeitslohn 1¼ Schicht.

Generalia 10 %.

Ab für ¼ Pf. zurückerhaltenes Jod.

Erhalten 4⅜ Pf. jodsaures Kali.

Digitized by Google

Neutrales oxalsaures Kali.

$$KO + C_2O_3 + 3\,HO.$$

(Neutrales kleesaures Kali; Kalium oxydatum oxalicum neutrale, Kali oxalicum neutrale; Oxalate de potasse; Oxalate of potassa.)

Im silbernen Kessel werden 20 Pf. destillirtes Wasser zum Kochen erhitzt und 5 Pf. Kleesalz darin aufgelöst. worauf man in kleinen Portionen so lange reines kohlensaures Kali hinzufügt, bis kein Aufbrausen mehr erfolgt und die Flüssigkeit gegen Papiere vollkommen neutral sich zeigt. Die Lauge wird in eine grosse irdene Satte filtrirt, im Sandbade etwas eingedampft und dann zur Krystallisation an einen kalten Platz gestellt. Nach Herausnahme der angeschossenen Krystalle wird die Lauge weiter verdunstet. Die allerletzte Mutterlauge ist in der Regel etwas gefärbt, sie wird bis zur nächsten Operation aufbewahrt und kann, mit etwas Kohle behandelt, dann wieder zugesetzt werden. Die auf einem Trichter gesammelten Krystalle werden getrocknet und in einem Glasgefässe aufbewahrt. Zu den in Arbeit genommenen 5 Pf. Sauerkleesalz wurden $3\frac{1}{16}$ Pf. reines kohlensaures Kali gebraucht, und davon $7\frac{1}{4}$ Pf. neutrales oxalsaures Kali in farblosen prismatischen Krystallen erhalten. Das Salz ist geruchlos, schmeckt bitter und kühlend, ist luftbeständig, in sehr warmer Luft aber verwittert es, löst sich in 2 Th. Wasser bei 12° C. auf, nicht in Alkohol. Die Auflösung des neutralen oxalsauren Kali's darf nicht zu lange Zeit vorräthig gehalten werden, weil sich das Salz partiell in kohlensaures Kali verwandelt und sie dann mit Säure braust. Das Salz kann verunreinigt sein: durch schwefelsaures und doppeltkohlensaures Kali, Chlorkalium, Magnesia, Thonerde und Eisen, und es kann Salpeter und Weinstein enthalten, weil Verfälschungen des Kleesalzes durch letztgenannte Substanzen so wie durch schwefelsaures Kali schon vorgekommen sind.

Es mag hier nicht unerwähnt bleiben, wie ich einmal bemerkte, dass, ehe ich frischbereitetes oxalsaures Kali auf das Lager ablieferte, ich dasselbe prüfte und geringe Menge zweifachkohlensaures Kali darin fand. Ich erinnerte mich dabei, die Kleesalzauflösung vor ihrer Absättigung mit kohlensaurem Kali nicht sehr warm gemacht zu haben, und es mag die Erzeugung jenes Bicarbonats diesem Umstande zuzuschreiben sein.

Digitized by Google

Wenn ich späterhin das oxalsaure Kali zu bereiten hatte, wandte ich häufig Aetzkaliauflösung zur Neutralisation an, und ist mir solches niemals wieder vorgekommen, auch nicht, wenn kohlensaures Kali zu der zum Kochen erhitzten Kleesalzauflösung verwendet wurde.

Ausserdem habe ich bei der Neutralisation des Kleesalzes mittelst Aetzkali mehrmals (in den Jahren 1830 und 1831) starke Ammoniakentwickelung bemerkt.

Neutrales weinsteinsaures Kali.

$KO + C_4 H_2 O_5$ oder $KO + \overline{T}$.

(Tartarisirter Weinstein, Auflöslicher Weinstein; Kalium oxydatum tartaricum neutrale, Kali tartaricum, Tartarus tartarisatus, Tartarus solubilis; Tartrate de potasse; Tartrate of potassa, Soluble tartar.)

Gewöhnlich wird, um diesen Artikel zu bereiten, die freie Säure des Weinsteins durch kohlensaures Kali abgestumpft, in solchen Fabriken aber, die sich zugleich mit der Anfertigung von Weinsteinsäure beschäftigen, verwendet man dazu meistens kohlensauren Kalk (englische Kreide), um, worauf es mehr abgesehen ist, weinsteinsauren Kalk zu erhalten.

In einem blanken eisernen Kessel bringe man 420 Quart (etwa 35 Eimer) reines weiches Wasser zum Sieden, und löse unter Umrühren mit einem langen hölzernen Spatel von einer abgewogenen Menge (100 Pf.) gemahlenen gereinigten Weinstein (Cremor tartari) etwa $\frac{1}{4}$ derselben (20 bis 25 Pfund) darin auf, worauf man mittelst einer kleinen hölzernen Handschaufel gemahlene reine (englische) Kreide nach und nach und so lange einträgt, als nach langsamen Durchrühren die Flüssigkeit nicht sauer mehr reagirt. Hierauf fügt man abwechselnd von gemahlenen Weinstein und von der Kreide in proportionalen kleinen Mengen hinzu, bis der Weinstein sämmtlich verbraucht, und in die Flüssigkeit eingetauchtes Lackmuspapier permanent, aber nur schwach geröthet wird; dann setzt man unter stetem Umrühren

Digitized by Google

in kleinen Mengen Kreide bis zur vollkommenen Neutralisation hinzu. Hierauf wird das Feuer vorgezogen, nachdem der Kesselinhalt ziemlich abgekühlt, die Flüssigkeit in einen Bottich abgelassen, der am Boden des Kessels abgelagerte weinsteinsaure Kalk (Weinsteinselenit) auf einem leinenen Spitzbeutel gesammelt und ausgewaschen. Sobald die in dem Bottich befindliche Lauge vollkommen erkaltet ist, wird sie zurück in den reingewaschenen Kessel gebracht, etwa zu 9 bis 10° Stärke langsam eingekocht, und dann in irdene Töpfe oder in einen kleineren reinen Bottich zum Erkalten und Absetzen gefüllt. Man lässt einen bis zwei Tage ruhig stehen, worauf die Lauge durch einen flanellenen Spitzbeutel filtrirt und im zinnernen oder, in getheilten Mengen, im silbernen Kessel langsam und später, wenn sie dicklich zu werden anfängt, unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel so weit abgeraucht wird, bis sie als eine feuchte zusammengeballte Masse erscheint. Die Klumpen sucht man mit dem Spatel zu zertheilen und zerdrücken, und bringt das bröckliche Salz auf mit Papier belegte Horden in die Trockenkammer, um dasselbe völlig auszutrocknen, worauf es in einem erwärmten, blanken eisernen Mörser feingepulvert und in gut verschlossenen Gläsern aufbewahrt wird. Vor dem Ausbreiten des Präparats auf Papier, um dasselbe zu trocknen, hat man eine Probe davon in kaltem destillirtem Wasser aufzulösen; erscheint die Auflösung trübe, dann muss die ganze Masse nochmals in dem doppelten Gewichte kalten destillirten Wassers aufgelöst, die Auflösung filtrirt und wieder abgeraucht werden, um den weinsteinsauren Kalk zu entfernen.

Der Schlamm, welcher sich beim Einkochen der Lauge ausscheidet und in den Töpfen ablagert, wird auf dem Spitzbeutel mit kaltem Wasser gewaschen und dem weinsteinsauren Kalk beigegeben.

Zu den angewandten 100 Pf. Cremor tartari wurden 35 Pf. englische Kreide verbraucht, und man erhielt 67 Pf. weinsteinsauren Kalk und 49¼ Pf. neutrales weinsteinsaures Kali.

Das neutrale weinsteinsaure Kali erscheint als ein vollkommen weisses Pulver, welches geruchlos ist, bitterlich salzig schmeckt, an der Luft feucht wird und zuletzt zerfliesst, sich in gleichen Theilen kalten und ½ Th. heissen Wassers auflöst und in Alkohol fast unlöslich ist. In starker Hitze wird dasselbe unter Bildung von kohlensaurem Kali und Abscheidung von Kohle zersetzt.

Digitized by Google

Dieses Salz ist zu untersuchen: auf weinsteinsauren Kalk, Magnesia, Schwefelsäure, Salzsäure, Kieselerde, Thonerde, Eisen, Kupfer und Zinn. Seine Auflösung muss vollkommen neutral reagiren.

Weinsteinsaures Ammoniak-Kali.

$$(KO + \bar{T}) + (NH_4O + \bar{T}) + HO.$$

(Ammoniakhaltiger Weinstein, Auflöslicher ammoniakalischer Weinstein; Kalium oxydatum tartaricum ammoniatum, Kali tartaricum ammoniatum, Kali ammoniato-tartaricum, Tartarus ammoniatus; Tartarus solubilis ammoniatus; Tartrate de potasse et d'ammoniaque; Tartrate of potassa and ammonia.)

Im zinnernen oder besser im silbernen Kessel werden 10 Pf. gemahlener, feingesiebter, weisser Weinstein (Cremor tartari) und 14 bis 15 Quart reines Wasser unter stetem Umrühren zum Sieden erhitzt, worauf man den Kessel vom Ofen entfernt und dann, gleichfalls unter fleissigem Umrühren, so lange gepulvertes kohlensaures Ammoniak in die heisse Flüssigkeit einträgt, bis kein Aufbrausen mehr erfolgt, und dieselbe neutrale Reaction zeigt. Die ein wenig abgekühlte, doch aber noch heisse Flüssigkeit wird durch ein mit Papier überlegtes weisses leinenes Seihetuch in irdene Schüsseln filtrirt, dieselben in's Sandbad gestellt, um die Lauge wieder sehr heiss werden zu lassen, und nach dem Kaltwerden ein gut krystallisirtes Salz zu erhalten. Sollte während des Heisswerdens im Sandbade die Lauge sich trüben (durch wieder erzeugten Weinstein) und säuerlich reagiren, dann setzt man kohlensaure Ammoniakauflösung im schwachen Ueberschuss hinzu, und bringt die Lauge darauf zum Krystallisiren an einen kalten Ort. Nach zweitägiger Ruhe werden die in Scheiben zusammenhängenden Krystalle von der Mutterlauge getrennt, auf einen Trichter gesammelt und an einem luftigen, aber kühlen Platze, auf drei- bis vierfach zusammengelegtem Druckpapier getrocknet und in gut verschliessbaren Gläsern mit weiten Mündungen, an einem nicht warmen Platze aufbewahrt. Die Mutter-

Digitized by Google

lauge wird in den irdenen Schaalen im Sandbade verdunstet, bis an den Seiten derselben Pünktchen einer Salzhaut sich zu zeigen beginnen; jedoch hat man dabei Sorge zu tragen, dass die Flüssigkeit während des Eindampfens die Temperatur des siedenden Wassers nicht erreiche. Sollte die Flüssigkeit beim Verdunsten sich trüben, dann hat man feingeriebenes kohlensaures Ammoniak bis zur schwach alkalischen Reaction zuzusetzen. Durch Hinstellen der concentrirten Lauge an einen kalten Platz überlässt man dieselbe der Krystallisation und verfährt auf die vorhin angegebene Weise und so oft, als noch Krystalle anschiessen.

Zu 10 Pf. Weinstein wurden im Ganzen $3\frac{1}{4}$ Pf. kohlensaures Ammoniak verbraucht und $10\frac{1}{2}$ Pf. weinsteinsaures Ammoniak-Kali erhalten.

Der Ammoniakweinstein krystallisirt in wasserhellen vier- bis sechsseitigen rhomboidalen Säulen, besitzt einen kühlend salzigen, etwas ammoniakalischen Geschmack und riecht schwach nach Ammoniak; an der Luft verliert das Salz nicht nur Wasser sondern auch Ammoniak, wodurch es undurchsichtig und schwer auflöslich wird. Es löst sich in 2 Th. kalten und in weniger als seinem gleichen Gewichte kochenden Wassers auf. Wegen seiner Eigenschaft, leicht einen Theil seines Ammoniaks zu verlieren, muss das Salz in gut verschlossenen Gefässen, an einem kühlen Orte aufbewahrt werden.

Der Ammoniakweinstein muss vollkommen neutral reagiren und ist zu prüfen auf die Gegenwart von Weinstein, Schwefelsäure, Salzsäure, Kalk, Thonerde, Eisen, Kupfer, Zinn.

Weinsteinsaures Natron-Kali.

$$(KO + \overline{T}) + (NaO + \overline{T}) + 8\,HO.$$

(Natronweinstein, Seignettesalz, Polychrestsalz, Rochellesalz; Kalium oxydatum tartaricum natronatum, Kali tartaricum natronatum, Kali natronato-tartaricum, Tartarus natronatus, Sal (polychrestum) Seignette, Sal rochellense seu rupellence, Soda tartarisata; Tartrate de potasse et de soude, Sel de Seignette; Tartrate of potassa and soda, Rochelle salt, Tartarized Soda.)

In einem geräumigen, etwas tiefem Kessel werden 40 bis 45 Eimer (480 bis 540 Qt.) reines weiches Wasser zum Kochen

Digitized by Google

erhitzt und in demselben nach und nach 300 Pf. gemahlener gereinigter Weinstein durch gemahlene (englische) Kreide neutralisirt. Der Zusatz der letzteren muss ebenfalls portionenweis geschehen, und hat man durch zeitgemässes Umrühren mit dem Rührholze dafür zu sorgen, dass während des schwachen Kochens der Flüssigkeit der erzeugte weinsteinsaure Kalk möglichst schwebend in derselben erhalten werde und sich nicht zu Boden lagere. Sobald die 300 Pf. Weinstein neutralisirt worden sind, entfernt man das Feuer, lässt den Kesselinhalt etwa eine Stunde hindurch unangerührt stehen, zieht dann die klare Lauge in einen grossen Bottich ab, bringt den weinsteinsauren Kalk auf Spitzbeutel und gibt die von demselben abfliessende Lauge gleichfalls der im Bottich befindlichen zu. Der in den Spitzbeuteln befindliche weinsteinsaure Kalk wird mit kaltem Wasser ausgewaschen. Der Kessel wird abermals mit einer gleichen Menge Wassers gefüllt, angefeuert und 300 Pf. Weinstein werden mit der erforderlichen Menge Kreide neutralisirt; man verfährt dabei ebenso wie das erste Mal.

Die Laugen bleiben bis den nächsten Tag in den unbedeckten Bottichen stehen, und werden dann in demselben vorher reingewaschenen Kessel nach und nach so weit eingekocht, bis eine herausgenommene und erkaltete Probe eine Stärke von 22 bis 23° B. (= 1,179 bis 1,188 sp. G.) zeigt. Man löst hierauf 80 Pf. möglichst reines Kochsalz in derselben auf, dampft noch etwa ½ Stunde länger ein und lässt darauf die Lauge in einen anderen eisernen Kessel ab, um sie in der Kälte krystallisiren zu lassen. Nach einigen Tagen oder überhaupt sobald die Lauge bis zum Boden des Kessels hinab erkaltet ist, wird dieselbe von den angeschossenen Krystallen getrennt und in einen kleineren Kessel gegeben; das Salz bringt man in Körbe, welche man auf über den Kessel hinweggelegte Holzstäbe stellt, und wäscht dasselbe mit kaltem Wasser ab. Die Lauge sammt dem Spühlwasser wird zu 24 bis 25° B. eingekocht und zurück in den Kessel zum Krystallisiren gegeben. Nach dem Erkalten wird abermals wie das erste Mal verfahren und ebenso geschieht es zum dritten Male. Beim 4. schiesst schon ziemlich viel von dem erzeugten Chlorkalium an, und beim 5. Male thut man am besten das Chlorkalium durch langsames Abdampfen der Lauge auszusoggen, worauf man aus der letzten Mutterlauge, in der Kälte, noch eine nicht unansehnliche Menge Seignettesalz erhalten wird.

Digitized by Google

Das in den beiden ersten Malen angeschossene Salz oder überhaupt dasjenige, welchem kein oder nur sehr wenig Chlor-Kalium beigemischt ist, löst man in einem blanken (rostfreien) eisernen Kessel (dem Seignettesalz-Kessel) in so viel reinen, weichen Wassers auf, bis eine erkaltete Probe eine Stärke von 19 bis 20° B. zeigt, kocht die Auflösung bis zu 22° B. (kalt gewogen) ein und entfernt sämmtliches Feuer, verschliesst aber wiederum die Heitzthür. Man hängt nun glatt abgehobelte Stäbe von hartem weissem Holz (Buchenholz) in einer Entfernung von $4\frac{1}{2}$ bis 5″ in der Lauge auf; dieselben werden an einem gutpassenden, zum Kessel gehörenden, hölzernen Deckel der Art mit Nägeln an demselben befestiget, dass sie nicht bis auf den Boden des Kessels, sondern etwa 4″ über denselben reichen. Ueber den Deckel hinweg legt man noch wollene Tücher o. dgl. und sucht durch diese Vorbereitungen die Lauge so langsam als möglich abzukühlen. Nach 5 bis 6 Tagen in der wärmeren und nach 3 bis 4 Tagen in der kälteren Zeit des Jahres ist der erste Anschuss beendigt. Man nimmt die Hölzer aus der Lauge und findet an ihnen die besten Krystalle, und so regelmässig ausgebildet, wie sie nur erhalten werden können. Ich habe vollkommene und regelmässige Krystalle von $1\frac{1}{4}$″ bis $1\frac{1}{2}$″ im Durchmesser erhalten und besitze jetzt noch einige (von 1834 her), welche bei einer Länge von fast 3″ über $\frac{5}{8}$″ dick sind. Die Lauge wird in einen reinen Bottich gefüllt, das Salz von den Stäben und aus dem Kessel losgeklopft und dasselbe dann auf flachen Körben mit reinem Wasser abgespühlt, worauf man die Lauge nebst dem Waschwasser wieder in den Kessel zurückgibt, anheitzt und, wenn noch eben so gutes rohes Salz, wie das aufgelöste, vorhanden, löst man dasselbe in der Lauge mit auf; es wird ebenso wie das erste Mal damit verfahren.

Die weniger reinen Anschüsse werden für sich in Wasser gelöst, das Chlorkalium wird durch langsames Eindampfen der Auflösung möglichst abgeschieden, das Seignettesalz aber durch Abkühlen gewonnen und so beide Salze getrennt. Das allerletzte Seignettesalz, welches in der Regel etwas gelb gefärbt ist, wird bei der nächsten Operation mit dem neuerhaltenen ersten Anschuss in reinem Wasser wieder mit aufgelöst.

Sämmtlicher, bei der Sättigung des Weinsteins mit Kreide gewonnene weinsteinsaure Kalk wird, wenn hinlänglich mit Wasser gewaschen, zur Darstellung von Weinsteinsäure benutzt.

Digitized by Google

Kommt es weniger darauf an, grosse Krystalle zu erhalten, als vielmehr schneller zu arbeiten, dann wird die Lauge, sobald sie concentrirt ist (23 bis 24°), dass eine herausgenommene Probe beim Erkalten Krystalle absetzt, in irdene Satten gefüllt, diese an einen kalten Ort gestellt und mit derselben so verfahren, wie bei derartigen Arbeiten geschehen muss. Die letzten Anschüsse sind auch hier gemeiniglich gelbgefärbt, und müssen umkrystallisirt oder bei einer neuen Campagne wieder mit ausgelöst werden.

Zum Neutralisiren der in Arbeit genommenen 600 Pf. Weinstein wurden 215 Pf. Kreide verbraucht und 400 Pf. weinsteinsaurer Kalk erhalten. Der eingekochten Auflösung des neutralen weinsteinsauren Kali's fügte man 80 Pf. Kochsalz hinzu, und es wurden 320 Pf. Seignettesalz, öfters auch nur 298 Pf. gewonnen, im Mittel also 310 Pfund.

Das weinsteinsaure Natron-Kali krystallisirt in grossen, durchsichtigen, farblosen, luftbeständigen, gerade rhombischen. 6 bis 12seitigen Säulen, und besitzt einen milden, nicht unangenehmen salzigen und dabei kühlenden Geschmack. In sehr warmer Luft verwittert es schwach, schmilzt in der Wärme leicht in seinem Krystallwasser und wird in stärkerer Hitze, unter Bildung von kohlensaurem Kali und kohlensaurem Natron und Hinterlassung von Kohle, zerlegt. Durch Säuren wird es, wie das neutrale weinsteinsaure Kali unter Bildung von Weinstein (saurem weinsteinsaurem Kali), zersetzt; es löst sich in 2½ Th. kalten und in kaum gleichen Gewichtstheilen kochenden Wassers auf, in Alkohol höchst unbedeutend. Dasselbe kann verunreinigt sein: durch Schwefelsäure, Salzsäure, Kalk, Magnesia, Thonerde, Eisen, Kupfer, Zinn.

Einfacher erhält man dieses Doppelsalz, wenn die freie Säure des gereinigten Weinsteins durch krystallisirtes kohlensaures Natron gesättigt und die erhaltene Auflösung zur Krystallisation eingekocht wird. Für 4 Th. Weinstein gebraucht man etwa 3 Th. krystallisirtes kohlensaures Natron, und erhält gegen 4½ Theile Seignettesalz.

Digitized by Google

Boraxweinstein.

$$3\,(KO + \overline{T}) + (NaO + \overline{T}) + 2\,(BO_3 + \overline{T}) + 3\,HO.$$

(Weinsteinsaures und boraxsaures Natron-Kali, Auflöslicher Weinsteinrahm; Kalium oxydatum tartaricum boraxatum, Kali tartaricum boraxatum, Tartarus boraxatus, Cremor tartari solubilis; Tartrate borico-potassique, Crême de tartre soluble; Borotartrate of potassa and soda, Soluble cream of tartar.)

Im zinnernen Kessel oder Pfanne werden 10 Pf. Borax in 55 bis 60 Quart (4½ bis 5 Eimer) siedenden reinen weichen Wassers aufgelöst und dann 30 Pf. sehr feingepulverter gereinigter Weinstein, portionenweise unter stetem Umrühren mit einem reinen hölzernen Spatel, hinzugesetzt. Wenn der Weinstein ziemlich vollständig aufgelöst ist, entfernt man das Feuer, giesst noch einige Quart Wasser in den Kessel, füllt dann Alles, Flüssigkeit und Bodensatz, in grosse Steintöpfe und überlässt es einen Tag der Ruhe. Hierauf filtrirt man und dunstet die klare Lauge in demselben zinnernen Gefässe bis zur dünnen Syrupsonsistenz langsam ein. Ein Drittel dieser concentrirten Lauge wird im silbernen Kessel — weil derselbe nicht gross genug ist, um die Gesammtmenge derselben auf einmal zu fassen — unter stetem Umrühren mit einem reinen hölzernen Spatel, über mässigem Kohlenfeuer so weit verdunstet, bis die Masse sich in Fäden zieht und nicht mehr an den Händen festklebt, worauf man den Kessel in's Sandbad stellt und die Masse unter stetigem Umrühren in ein weisses Pulver verwandelt, welches in vorher tarirte Gläser gegeben wird, die man sorgfältig verkorkt und mit Blase verbindet. Mit der übrigen syrupsdicken Lauge verfährt man ebenso.

Man dampfte die Lauge im zinnernen Kessel selbst auch wohl, bei zuletzt sehr schwachem Feuer, so weit ein, dass sie nicht mehr an den Händen klebte, worauf man sie in dünnen, langgezogenen Schichten auf über Spanhorden gelegtes Papier ausgebreitet in gelinder Wärme austrocknete; allein es tritt hierbei leicht der Uebelstand ein, dass die Masse an dem Papier so festklebt, dass ein Verlust nicht zu beseitigen und beim Stossen des Präparats im erwärmten eisernen Mörser, und selbst nach dem Durchschlagen durch ein feines Haarsieb eine Verunreinigung durch zerstossene Papiertheilchen nicht zu verhindern ist.

Digitized by Google

Von 10 Pf. Borax und 30 Pf. Weinstein wurden 31¼ Pfund Boraxweinstein erhalten. Derselbe bildet ein weisses, geruchloses, angenehm sauerschmeckendes Pulver, welches an der Luft Feuchtigkeit anzieht und zerfliesst, in gleichen Gewichtstheilen kaltem und ½ Th. heissem Wasser auflöslich ist; auch Weingeist nimmt eine sehr geringe Menge davon auf; seine Auflösung reagirt merklich sauer. Durch starke Hitze wird der Boraxweinstein zersetzt, und hinterlässt Borax, kohlensaures Kali und Kohle. Derselbe kann durch dieselben Substanzen verunreinigt sein, welche beim neutralen weinsteinsauren Kali angegeben worden sind.

Essigsaures Kali.

$KO + C_4 H_3 O_3$ oder $KO + \overline{A}$.

(Essigsaures Pflanzenlaugensalz, Blättererde, Geblätterte Weinsteinerde; Kalium oxydatum aceticum, Kali aceticum, Alkali vegetabile acetatum, Terra foliata tartari, Arcanum tartari; Acetate de potasse, Terre foliée de tartre; Acetate of potassa.)

Dieses Salz ist von mir in grossen Mengen bereitet worden, sowohl durch Neutralisation des destillirten Essigs oder der Essigsäure mit Pottaschenkali, als auch durch Zersetzung des essigsauren Kalks und des essigsauren Blei's mittelst schwefelsaurem Kali.

a. Mittelst Essig. 4 Oxhoft (= 720 Quart) selbstbereiteten Essigs werden aus einer kupfernen Blase mit zinnernem Helm und zinnernem Kühlrohr der Destillation unterworfen.

Zwei Oxhoft des ungefärbten, wasserklaren Destillats werden in einem reinen, rostfreien, eisernen Kessel gelinde erwärmt und es wird so lange, unter beständigem Umrühren mit einem aus weissem Buchenholz gefertigten langen Spatel, starke Pottaschenlauge zu 48° B. hinzugesetzt, bis kein Aufbrausen mehr entsteht und die saure Reaction verschwunden ist. Dann verstärkt man das Feuer und kocht die Lauge bis auf ⅓ ein, worauf man

Digitized by Google

dieselbe in einem zinnernen Kessel oder Pfanne bis auf etwa 4 Eimer (= 48 Quart) weiter einkocht, das Feuer entfernt und ihr durch Zusatz von Essigsäure eine säuerliche Reaction ertheilt. Man rührt $1\frac{1}{2}$ bis 2 kleine Handschaufeln voll gröblich gepulverter Holzkohle in die Lauge, lässt $\frac{1}{4}$ Stunde stehen und filtrirt dann durch einen leinenen Spitzbeutel; die klare Lauge wird in Steintöpfe gefüllt und bis den nächsten Tag der Ruhe überlassen.

Sobald der eiserne Kessel von der Auflösung des essigsauren Kali's entleert ist, wird, während des Einkochens derselben in der zinnernen Pfanne oder Kessel, der eiserne Kessel mit den beiden anderen Oxhoften destillirten Essigs gefüllt, durch Pottaschenlauge gesättigt und die essigsaure Kalilauge ebenfalls bis zu $\frac{1}{3}$ eingekocht.

Während des Einkochens dieser zweiten Portion wird die in den Steintöpfen erkaltete und klare Auflösung in den reingescheuerten zinnernen Kessel zurückgegeben, und bis zum Erscheinen einer starken Salzhaut langsam eingekocht, worauf man sie, bei vermindertem Feuer, unter beständigem Umrühren und Zerdrücken der sich zusammenballenden Salzmasse mit einem hölzernen Spatel und zuletzt, bei sehr gelinder Wärme, zur Trockne eindunstet. Das erhaltene vollkommen trockne Pulver wird in tarirte Gläser mit weiten Mündungen gegeben, welche man verkorkt und mit Blase verbindet oder verpicht. Mit der übrigen Lauge wird ebenso verfahren.

Wenn die zinnerne Pfanne oder dessgl. Kessel durch vielfachen Gebrauch in ihren Böden abgenutzt, buckelig geworden oder grössere oder kleinere Vertiefungen erhalten hatten, habe ich die Lauge in dem einen oder dem andern dieser Gefässe nur bis zur Erscheinung einer starken Salzhaut eingekocht und die Masse alsdann, zu mehreren Malen, im silbernen Kessel, oder in mehreren steinzeugenen Schüsseln im Sandbade völlig ausgetrocknet, und dabei, wie oben erwähnt worden, verfahren.

Manche Geschäftsfreunde waren an eine andere als die Pulverform gewöhnt (in Holland und Russland) und, um dem Artikel eine solche zu geben, wurde, sobald auf der Lauge eine Salzhaut sich zeigte, welche nach und nach stärker wurde, dieselbe mit einem breiten hölzernen Spatel nach den beiden schmalen Seiten der Pfanne hingeschoben, daselbst angehäuft, dann in steinzeugene Schüsseln gegeben, wenn ein wenig abgekühlt, in tarirte Gläser gefüllt; diese verkorkt und verbunden, oder verpicht.

Digitized by Google

Zu den in Arbeit genommenen vier Oxhoft Essig (720 Qt.) wurden 86 Pfund kohlensaures Kali (als 48grädige Lauge) verbraucht und 128 Pf. weisses essigsaures Kali erhalten, welches etwas Chlorkalium enthielt, indess frei sich zeigte von Kalkerde und metallischen Beimischungen.

Das durch Umrühren zur Trockne abgerauchte Salz erscheint als schneeweisses, schuppig krystallinisches Pulver, das von der heissen concentrirten Lauge abgenommene als eine schneeweisse, in grösseren und kleineren Stücken vorkommende, im Bruch aus atlasglänzenden, glimmerartigen Blättchen zusammengehäufte Masse.

Mögliche Verunreinigungen des essigsauren Kali's sind kohlensäures und schwefelsaures Kali, Chlorkalium, Kalk, Magnesia, Thonerde, Eisen, Blei, Kupfer, Zinn; man will in demselben auch phosphorsaures Kali gefunden haben.

Einfacher, wiewohl — im Grossen wenigstens — mit etwas mehr Kosten verbunden, ist's, diesen Artikel aus Essigsäure und gereinigtem kohlensaurem Kali (48 grädiger Pottaschenlauge) darzustellen. Zu 2 Th. Säure von 1,045 spec. Gew. gebraucht man etwa 1 Th. kohlensaures Kali und erhält gegen 1 $\frac{1}{4}$ Th. essigsaures Kali.

Es wird in Fabriken hin und wieder ein (sogenanntes) schwarzes essigsaures Kali (Kali aceticum nigrum) verlangt, welches man einfach auf die Art bereitet, dass man einen guten Speiseessig, ohne denselben vorher zu destilliren, mit kohlensaurem Kali neutralisirt, die Flüssigkeit, ohne Kohlenzusatz, durch einen dichten leinenen Spitzbeutel filtrirt, in der zinnernen Pfanne eindampft und, wie oben angegeben, weiter verfährt. — Die Ausbeute richtet sich natürlich nach der Stärke des Essigs.

b. Mittelst essigsaurem Kalk. Auf die Erfahrung gestützt, dass essigsaurer Kalk durch schwefelsaures Kali vollkommen zersetzt wird, wurde ein Oxhoft Speiseessig mit gepulvertem kohlensaurem Kalk (Kreide. — Es kann dazu jener mit Vortheil benutzt werden, welcher bei Bereitung des Aetzkali's abfällt, oder auch an der Luft zerfallener Aetzkalk, letzterer in variabelen Mengen kohlensauren und ätzenden Kalk enthaltend) bis zur Neutralisation behandelt, wozu 40 Pfund kohlensaurer Kalk nöthig waren.

Digitized by Google

Im trocknen Zustande wendet man den essigsauren Kalk zur Bereitung der Essigsäure an, bei Verarbeitung desselben zu essigsaurem Kali ist das Einkochen und Austrocknen der Lauge überflüssig und unökonomisch, da man dieselbe direkt durch schwefelsaures Kali zersetzen kann.

Es wurden 42 Pf. schwefelsaures Kali in einem eisernen Kessel in der nöthigen Menge kochenden Wassers aufgelöst, und die Auflösung siedend heiss der, in einem Bottich befindlichen, essigsauren Kalk-Lauge, unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, zugesetzt. Man liess das Gemisch bis zum nächsten Tage stehen, worauf die klare Lauge in einen reinen eisernen Kessel gebracht und derselbe angeheitzt, der Rückstand aber auf Spitzbeutel gegeben wurde. Nachdem die Lauge abgelaufen und man sie dem Kesselinhalte beigegeben hatte, wurde der Rückstand im Beutel mit Wasser behandelt, um die anhängende Lauge zu gewinnen.

Sämmtliche Flüssigkeiten kochte man bis zum Drittel ein, entfernte das Feuer, setzte drei kleine Handschaufeln voll gröblich gepulverter Holzkohle hinzu, rührte gut um, liess $\frac{1}{2}$ Stunde länger stehen und filtrirte alsdann; die filtrirte, vollkommen wasserhelle Lauge wurde in der zinnernen Pfanne bis zu einer Stärke von 30° eingedampft, dann in einem grossen Steintopfe 24 Stunden an einem kalten Platze der Ruhe überlassen, während welcher Zeit sich eine beträchtliche Menge schwefelsaures Kali abgeschieden hatte. Die Lauge wurde klar abgegossen, der letzte trübe Antheil derselben filtrirt, dann Alles in derselben Pfanne bis zu 37° (= 1,346 spec. Gew.) langsam eingedampft und in einen reinen Steintopf gegeben, in welchem die Lauge abermals 24 Stunden stehen blieb.

Nach der damit angestellten Prüfung erschien die Lauge nunmehr vollkommen frei vor schwefelsaurem Kali; sie wurde unter Zusatz von etwas Essigsäure im silbernen Kessel, wie oben beschrieben, zur Trockne eingedampft und ein Salz erhalten, welches keine Schwefelsäure, keinen Kalk, Eisen u. dgl., jedoch eine geringe Menge Chlorkalium enthielt, indess nicht blendend weiss erschien, sondern einen gelblichweissen Teint besass. Man erhielt 29 Pf. essigsaures Kali.

Es wurden später 4 Oxhoft desselben Essigs destillirt; das Destillat wurde mit kohlensaurem Kalk gesättigt und wie vorstehend beschrieben verfahren, mit dem Unterschiede, dass man

Digitized by Google

zur Zersetzung der erhaltenen essigsauren Kalklauge nur 136 Pf. schwefelsaures Kali, d. i. 34 Pf. pr. Oxhoft in Anwendung nahm. Das erhaltene essigsaure Kali enthielt etwas Chlorkalium und liess hinsichtlich seiner Weisse nichts zu wünschen übrig; da indess diese Arbeitsmethode etwas umständlich sich zeigte und das schwefelsaure Kali anderweitig und besser verwerthet werden konnte, wurde sie aufgegeben.

c. Mittelst essigsaurem Blei. 100 Pf. Bleizucker wurden in einem hölzernen Bottich in der sechsfachen Menge warmen Wassers aufgelöst; dieser Auflösung setzte man so lange 48grädige Pottaschenlauge, unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel hinzu, als noch ein Niederschlag entstand. Nachdem die Lauge durch Absetzen sich geklärt hatte, wurde sie durch einen leinenen Spitzbeutel filtrirt, der Niederschlag demnächst auf denselben gebracht und mit Wasser ausgewaschen. Sämmtliche Flüssigkeiten wurden nach und nach in der zinnernen Pfanne bis zu etwa 48 Quart eingekocht und darauf in einen grossen Steintopf gegeben. Nach dem Erkalten leitete man so lange Schwefelwasserstoffgas hindurch, bis in einer abfiltrirten Probe durch Hineinleiten desselben Gases keine Veränderung mehr hervorgebracht wurde, worauf der Topf bis zum andern Tage unbedeckt stehen blieb. Hierauf filtrirte man dieselbe durch Leinwand, versetzte sie mit Essigsäure bis zur sauren Reaction und stellte sie in drei grossen Schüsseln in's Sandbad, um den noch beigemengten Schwefelwasserstoff vollends zu entfernen. Sollte, wie es meistens vorkommt, die Flüssigkeit sich etwas trüben, dann muss dieselbe natürlich nochmals filtrirt werden, worauf man sie im silbernen Kessel zur Trockne abraucht und wie oben angegeben weiter damit verfährt.

Zu 100 Pf. Bleizucker wurden 39 Pf. gereinigte Pottasche (in Laugenform angewandt) verbraucht, und es wurden erhalten 50½ Pf. essigsaures Kali von blendend weisser Farbe, welches Spuren von Chlorkalium, aber keine weiteren Verunreinigungen enthielt. Das Gewicht des nebenbei gewonnenen Bleiweisses betrug 65 Pfund.

d. Chemisch reines essigsaures Kali. Auf die Eigenschaft hin, dass das essigsaure Kali in Alkohol (4 Theile) löslich ist, hatten meine Vorgänger in einer derjenigen Fabriken, in

Digitized by Google

welcher ich den Betrieb leitete, dieselbe benutzt, um den Artikel chemisch rein darzustellen. Wenn gleich nun nach der Behandlung des essigsauren Kali's mit Weingeist das möglicherweise in demselben enthaltene schwefelsaure Salz, sowie der grösste Antheil des Chlorkaliums als unauflöslicher Rückstand verbleibt, so scheint es dennoch absolut unmöglich — wenigstens hat es mir niemals gelingen wollen — all' und jeden Hinterhalt der Chlorverbindung zu entfernen, da sich stets eine geringe Menge desselben mit dem essigsauren Kali zugleich im Alkohol auflöst.

Zur Erzielung eines vollkommen chemisch reinen essigsauren Kali's, welches weniger zum Verkaufe gehalten, als vorzüglich zur Darstellung des chemisch reinen ätzenden und kohlensauren Kali's benutzt wurde, versuchte ich mehrere Wege, und gelang es mir auf einem derselben vollkommen, nämlich durch Zersetzung des essigsauren Blei's mittelst schwefelsaurem Kali, welche Methode ich späterhin zur Darstellung dieses Artikels stets befolgt habe. Dass beide Salze keine Chlorverbindungen enthalten dürfen, ist eine stillschweigende Bedingung, und es müssen beide vor deren Anwendung darauf geprüft werden. Das schwefelsaure Kali lässt sich durch Krystallisation sehr leicht vom anhängenden Chlorkalium befreien, und was das Bleisalz anlangt, so dürfte sich darin wohl selten (oder niemals) Chlorblei vorfinden; sollte dasselbe jedoch Chlorverbindungen enthalten, dann muss es in destillirtem Wasser gelöst, die Auflösung filtrirt, eingekocht und zur Krystallisation befördert werden. Alles bei dieser Arbeit zu verwendende Wasser muss destillirtes sein, und unter allen Umständen darf es nicht die leiseste Spur Chlor enthalten.

Man löst in einem Bottich 30 Pf. gereinigten Bleizucker in $7\frac{1}{2}$ bis 8 Eimern (etwa 90 bis 96 Quart) warmen destillirten Wassers auf; zu derselben Zeit werden in einem kupfernen Kessel 24 Pf. reines schwefelsaures Kali in 7 Eimern (= 84 Quart) destillirten Wassers im Kochen aufgelöst. Von dieser kochendheissen Solution setzt man, unter stetem Umrühren mit einem langen hölzernen Spatel, der im Bottich befindlichen Bleizuckerauflösung so viel hinzu, dass mehrere Quarte zurückbleiben. Wenn man findet, dass in einer abfiltrirten Probe durch schwefelsaures Kali sich noch ein Niederschlag erzeugt, wird von der im kupfernen Kessel befindlichen Solution nach und nach hinzugefügt bis keine Reaction mehr entsteht. Es verblieben im Kessel einige Quart der schwefelsauren Kalisolution und es wurde gefunden, dass etwas

Digitized by Google

über 22 Pf. des Salzes zu den in Arbeit genommenen 30 Pfund Bleizucker gebraucht worden waren.

Nachdem die Flüssigkeit, durch vollständiges Absetzen des Niederschlags, sich aufgehellt hat, wird sie mittelst eines Hebers abgezogen, das schwefelsaure Bleioxyd aber auf einen leinenen Spitzbeutel gebracht und ausgewaschen. Sämmtliche Flüssigkeiten werden im zinnernen Kessel bis zu etwa 20 Quart eingekocht und diese rückständige Lauge gibt man in einen irdenen Topf. Nach dem Erkalten leitet man so lange Schwefelwasserstoffgas durch diese Flüssigkeit, bis in einer abfiltrirten Probe durch dieselbe Gasart keine Veränderung mehr hervorgebracht wird. Nach dem Abklären wird die Flüssigkeit von dem Schwefelblei durch Filtration getrennt, dieselbe in zwei grossen irdenen Schüsseln im Sandbade stark erhitzt, um den vorwaltenden Schwefelwasserstoff zu entfernen, wiederum filtrirt und im Silber-Kessel bis zur Erscheinung einer schwachen Salzhaut langsam eingedampft, worauf die Flüssigkeit zurück in eine irdene Schüssel gegeben wird, in welcher man dieselbe 24 Stunden hindurch an einem kalten Orte stehen lässt.

Bei der angewandten Menge von 22 Pf. schwefelsauren Kalis hatte sich während des 24stündigen Stehens der Lauge noch eine sehr geringe Menge dieses Salzes abgeschieden; die Flüssigkeit wurde filtrirt und auf Schwefelsäure untersucht, welche man dann vollkommen frei von der letzteren fand.

Die so concentrirte Lauge wird im silbernen Kessel, wie oben näher angegeben, abgeraucht und in Gläser gefüllt. Man erhielt von 30 Pf. Bleizucker und 22 Pf. schwefelsaurem Kali $14\frac{5}{8}$ Pfund eines blendend weissen essigsauren Kali's, welches in Bezug auf seine Reinheit frei von Chlor und Schwefelsäure und von allen übrigen Verunreinigungen vollkommen frei sich zeigte.

Ausser der bereits angeführten Eigenschaft des essigsauren Kali's, dass es ein atlasglänzendes, schuppigkrystallinisches Pulver bildet, zeigt es sich von schwachem Geruch nach Essigsäure, besitzt einen salzigen, bitterlichen, stechenden Geschmack und hinterlässt ein Gefühl von Wärme auf der Zunge, zieht schnell Feuchtigkeit an der Luft an und zerfliesst. Es löst sich in $\frac{1}{2}$ Theile Wasser von 10^0, in $\frac{1}{5}$ Th. bei 76^0 und in 4 Th. Weingeist auf;

Digitized by Google

die wässerige Auflösung reagirt neutral wie die geistige, die erstere hält sich nicht lange, schimmelt leicht und entmischt sich in kohlensaures Kali. In der Hitze schmilzt es und zersetzt sich, unter Ausgabe von zersetzter Essigsäure und brandigen Produkten in kohlensaures Kali und Kohle.

Natrium.

Na.

(Natrium; Sodium.)

Sowie man das Kalium am besten aus sogenannter Weinsteinkohle abscheidet, ist es gleichfalls am vortheilhaftesten, das Natrium aus geglühtem weinsteinsaurem Natron, mit einem Zusatze von Kohlenpulver aus geschmiedeten eisernen Retorten durch Destillation zu gewinnen.

Zu jeder Campagne wurden 25 Pf. gereinigtes krystallisirtes kohlensaures Natron in einem blankgescheuerten eisernen Kessel in (etwas mehr als) gleichen Theilen Wassers über Feuer aufgelöst und so lange gepulverte Weinsteinsäure hinzugefügt, als noch Aufbrausen stattfand, wozu durchschnittlich 12 ¼ Pf. derselben verbraucht wurden. Die Auflösung wird eingekocht und zu Ende der Arbeit unter Umrühren zur Trockne abgeraucht. Die erhaltene trockne Salzmasse wird, wie bei dem Artikel »Kalium« angegeben, im bedeckten eisernen Tiegel verkohlt und darauf im erwärmten eisernen Mörser zerrieben.

Da das Natroncarbonat leichter schmilzt als das kohlensaure Kali, ist es nöthig, dem geglühten weinsteinsauren Natron mehr Kohle beizumischen, und rechne ich, für jedes Pfund der kohligen Natronmasse, ⅛ Pf. feingepulverter und ⅜ Pf. grobgepulverter Holzkohle. Mein beschlagener eiserner Cylinder wird für jede Operation mit 4 ½ Pf. Gemisch beschickt, aus 3 Pf. kohliger Natronmasse und 1¼ Pf. Kohlenpulver bestehend.

Digitized by Google

Das Arbeitsverfahren ist gerade ebenso, wie beim »Kalium« ausführlich beschrieben worden, und will ich nur bemerken, dass das Natrium einen bei weitem höheren Hitzgrad zu seiner Abscheidung erfordert, dass aber die Ausbeute desselben grösser ist, als die des Kaliums.

Aus 20 Pf. kohliger Natronmasse erhalten 3 Pf. reines Natrium ist pr. Pf. $2\frac{2}{5}$ Unzen.
Aus 15 Pf, kohliger Natronmasse erhalten $2\frac{5}{8}$ Pf. reines Natrium ist pr. Pf. $2\frac{4}{5}$ Unzen.
Aus 16 Pf. kohliger Natronmasse erhalten $3_{T}{}^{3}{}_{6}$ Pf. reines Natrium ist pr. Pf. $3_{1}{}^{3}{}_{6}$ Unzen.
Ist im Mittel aus 1 Pf. der kohligen Masse $2\frac{1}{2}\frac{9}{4}$ oder $2\frac{3}{4}$ Unze Natrium.

Das Natrium ist silberweiss, stark glänzend, hat ein sp. G. = 0.972 bei 15° C.; bei der mittleren Temperatur ist es weich, bei 90° flüssig, wird in höheren Hitzgraden verflüchtigt, oxydirt sich an der Luft nicht so rasch als das Kalium; es zersetzt kaltes Wasser ohne zu verbrennen, wenn es aber mit wenig Wasser befeuchtet wird, ebenso auf heissem Wasser, brennt es. Bei einer langsamen Zersetzung des Wassers entwickelt es nicht so viel Wärme, als das Kalium, wesshalb die Entzündung schwieriger erfolgt. Die Farbe der Natriumflamme ist gelb. Nächst dem Kalium hat das Natrium die grösste Verwandtschaft zum Sauerstoffe; unter gereinigtem Steinöl behält es seinen Metallglanz um vieles länger als das Kalium.

Aetzendes Natron.

Na O + HO.

(Aetznatron, Natronhydrat, Mineralisches Laugensalz, Mineralalkali; Natrium oxydatum hydraticum, Natrum causticum, Alkali minerale; Hydrate de soude, Oxide de sodium hydraté, Soude caustique, Soude à la chaux; Hydrate of soda, Caustic soda.)

Zur Darstellung dieses Artikels für den rein chemischen und pharmaceutischen Gebrauch hat man (möglichst) glaubersalzfreies

Digitized by Google

krystallisirtes kohlensaures Natron durch Kalkhydrat ätzend zu machen, dahingegen man jenes Aetznatron, welches bereits eine ausgedehnte technische Anwendung gefunden hat und eine solche unzweifelhaft in vielen technischen Branchen noch mehr finden wird, direkt aus der rohen Sodalauge herstellen kann.

a. Das reinere Aetznatron. Eine beliebige Menge - 200 Pf. — krystallisirtes kohlensaures Natron wird in einem mehr tiefen als breiten eisernen Kessel mit etwa zwei Theilen, wo möglich weichen, Wassers übergossen und, unter Umrühren mit einem langen eisernen Spatel, erhitzt. Sobald das Salz aufgelöst ist, wird die Auflösung durch Vermischen mit Wasser zu einer Stärke von 12 bis 14 ° B. (= 1,090 bis 1,107 sp. G.) gebracht und dann durch Verstärkung des Feuers zum Sieden erhitzt. Hierauf fügt man, unter stetem Umrühren mit dem eisernen Spatel, nach und nach so lange frischbereitetes pulveriges Kalkhydrat hinzu, bis eine abfiltrirte Probe in verdünnte Schwefelsäure gegossen, keine Kohlensäure-Bläschen mehr aufsteigen macht. Sobald das Natron vollkommen entkohlensäuert ist, werden dem Kesselinhalte noch einige Eimer Wasser untergerührt, dann wird der Kessel mit einem gut passenden Deckel bedeckt und das Feuer vorgezogen; im Uebrigen verfährt man ganz so, wie bei dem Artikel »Aetzendes Kali« angegeben worden ist. Die erhaltene Lauge, welche man gleichfalls zu 36° B. (= 1,33 sp. G.) eingedampft, wird als Aetznatronlauge (Liquor natri caustici; Lessive caustique de soude; Caustic lye of soda, Caustic soda liquor) in, mit Glas- oder Thonstöpseln verschlossenen Säureballons aufbewahrt, in denen man sie überdem noch durch Verbinden oder durch Verpichen vor Luftzutritt möglichst zu schützen sucht.

Zu 200 Pf. krystallisirtem kohlensaurem Natron wurden 106 Pf. Kalkhydrat verbraucht und 160 Pf. Aetznatronlauge zu 36 ° B. gewonnen.

Die so bereitete Aetznatronlauge ist eine farblose, meistens aber schwach gelblich gefärbte, ölartige Flüssigkeit, welche bei der angegebenen Stärke (1,33 sp. G.) 24 pCt. Natron enthält. In ihrem physikalischen Verhalten stimmt sie mit dem beim »Aetzkalilauge« Gesagten überein. In chemischer Beziehung unterscheidet sich Natron vom Kali dadurch, dass eine Auflösung desselben, oder eines Natronsalzes, in eine geistige Auflösung von Platinchlorid gegossen, keinen Niederschlag erzeugt, während Kali

Digitized by Google

oder Kalisalze einen eigelben hervorbringen. — Bringt man eine völlig concentrirte Auflösung von Weinsteinsäure mit Natronauflösung zusammen, so erfolgt kein Niederschlag, Kali dagegen scheidet Weinsteinkrystalle, sogleich oder nach dem Umschütteln ab. Durch den Zusatz von Kali zu einer Auflösung von schwefelsaurer Thonerde entsteht Kalialaun, welcher sich absetzt, durch Natron dagegen leichtlöslicher Natronalaun, wobei kein Niederschlag entsteht. — Natron und Natronsalze färben die Löthrohrflammen gelb, während Kali und dessen Salze eine violette Färbung bedingen. — Eine Lösung von antimonsaurem Kali wird durch Natron getrübt, es scheidet sich ein feines Krystallpulver ab.

Die Aetznatronlauge wird wenig mehr im Handel begehrt, sie dient meistens für den eigenen Gebrauch und zur Bereitung des trocknen und des geschmolzenen Aetznatrons (Natrum causticum siccum et fusum), welche eben so durchgeführt wird, wie bei den gleichen Kalipräparaten angegeben worden ist.

Die nach oben erhaltene Aetznatronlauge ist frei von Metallen, Kieselerde, Thonerde, kann indess etwas Kohlensäure enthalten, sowie Spuren von Chlor und Schwefelsäure, wenn nämlich das angewandte krystallisirte kohlensaure Salz durch Kochsalz oder Glaubersalz verunreinigt war.

b. Chemischreines Aetznatron erhält man durch Behandlung des chemischreinen kohlensauren Natrons (wovon weiter unten) mit reinem Aetzkalkhydrat. Man hält dasselbe als 36grädige Lauge oder im geschmolzenen Zustande vorräthig.

c. Das gewöhnliche Aetznatron (Natrum causticum vulgare; Caustic soda of commerce). — Zur Darstellung dieses mehr unreinen Artikels bedient man sich mit Vortheil der rohen Sodalauge, wie sie von den eisernen Auslaugekasten (Laugekübeln) — wovon weiter unten bei dem Artikel »kohlensaures Natron« die Rede sein wird — in eiserne in die Erde versenkte Behälter (Sammelkästen) abgelassen wird, und von wo aus man dieselbe durch eine gewöhnliche eiserne, durch Dampfkraft in Bewegung gesetzte Pumpe in hölzerne mit Blei ausgelegte tiefe Cisternen *(tanks)* treibt, um sie daselbst durch Aetzkalk zu entkohlensäuern.

Diese Cisternen, deren man, unter einem besondern Schuppen und in einer gemeinschaftlichen Verzimmerung, sechs bis acht

Digitized by Google

paarweise nebeneinander aufführt, haben je einen quadratischen Durchmesser von 13′ bei einer Tiefe von $11\frac{1}{2}$′ (= $1943\frac{1}{4}$ Cb.-Fuss Inhalt). Das gewalzte Blei, dessen man sich zur Ausfütterung der Cisternen bedient; ist von 7 bis 9 Pf. pr. Quadratfuss schwer. Die einzelnen Platten werden mit Hülfe des Richemont'schen Gaslöthrohrs (Hydro-Oxygengas-Gebläses) gelöthet oder, besser gesagt, mit Bleistreifen zusammengeschmolzen (gebrannt); jede Anwendung von Schnellloth beim Zusammenfügen der Platten ist streng zu vermeiden, weil die Gefässe dadurch sehr bald leck werden würden. Den Boden der Cisterne belegt man mit einer doppelten Reihe sehr hart gebrannter Backsteine, um dadurch zu verhüten, dass beim nöthigen Umrühren der in derselben befindlichen dick-milchigen Flüssigkeit das Blei des Bodens nicht beschädigt werde; durch das Bedecken des Bodens mit Steinen wird die Cisterne etwa 11′ und 2″ tief im Lichten.

Oben auf dem Zimmergerüste läuft eine gusseiserne (oder eine mit Blei ausgelegte hölzerne) Rinne dergestalt hin, dass aus derselben die aufgepumpte Lauge in jede einzelne der Cisternen geleitet werden kann; ausserdem ist daselbst ein gemeinschaftliches. weites, eisernes Dampfrohr angebracht, mit welchem für jede Cisterne zwei eiserne Röhren von geringerem Caliber verbunden sind, welche der darin befindlichen Lauge den nöthigen Dampf zuführen. Die Cisternen sind aus 2 zölligen Bohlen *(plank's)* aufgeführt. oben und unten in die Balken eingelassen und geangelt.

Fig. 55 stellt eine Reihe von vier Cisternen im Längendurchschnitt dar.

Fig. 56 gibt den Grundriss von 8 Cisternen in 2 Reihen. — ($\frac{1}{16}$ Zoll = 1 Fuss.)

Digitized by Google

Fig. 55.

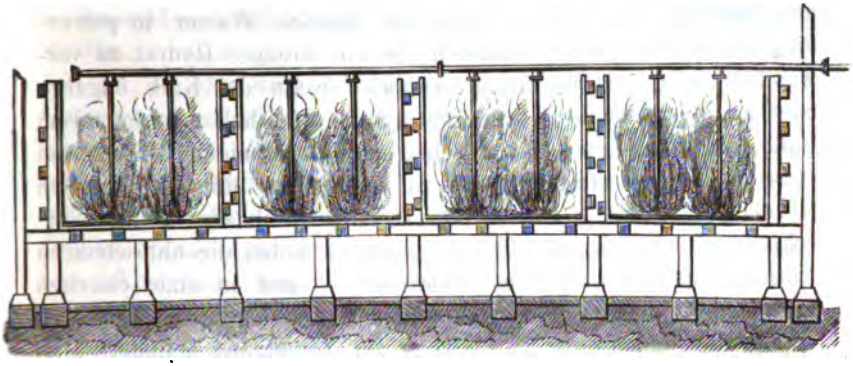


Fig. 55 a.

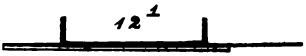
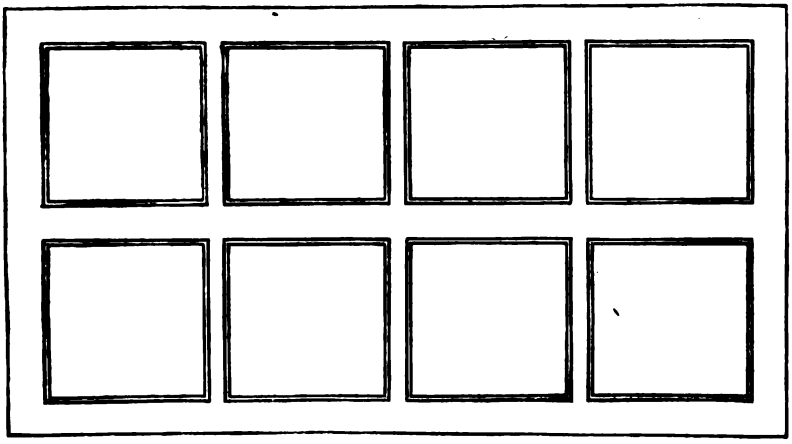


Fig. 56.



Neben diesen beiden Cisternen-Reihen sitzt auf einem etwas höher gelegenen Gerüste eine aus gusseisernen Platten zusammengeschrobene, oder eine aus Dampfkessel-Eisen genietete Pfanne — von 11 bis 12′ Länge, 7½ bis 8′ Breite und 20 bis 24″ Tiefe — auf, und zwar so, dass sie, den Cisternen zu, eine geringe Neigung hat, und daselbst mit einer viereckigen gefalzten, durch eine Eisenplatte verschliessbaren Oeffnung versehen ist. Diese Pfanne

Digitized by Google

dient dazu, den zur Zersetzung des kohlensauren Natrons nöthigen Aetzkalk durch Besprengen mit heissem Wasser in pulverförmiges oder, nach Umständen, in ein breiiges Hydrat zu verwandeln und letzteres namentlich, wenn der Kalk ungahre oder auch (sogenannte) verbrannte Stücke enthält. In letzterem Falle führt man, um das Löschen zu beschleunigen, durch zwei eiserne Röhren etwas Dampf zu und rührt mittelst eisernen Krücken gut durch. Der Kalkbrei wird durch die kleine viereckige Oeffnung aus der Pfanne gezogen, wobei die unlöschbaren Antheile in derselben zurückbleiben — und in einer eisernen Rinnenfahrt in jene Cisterne geführt, in welcher zur Zeit sich gerade die kohlensaure Natronlauge zur Zersetzung befindet. Man setzt auch wohl den gebrannten Kalk der heissen Sodalauge in Stücken zu, doch ist das nicht empfehlenswerth, da die dickeren Stücke sich ausserhalb mit einer Kruste von gebildetem kohlensaurem Kalk überziehen, und dann das Löschen (durch und durch) langsam von statten geht.

In der Mitte einer jeden Cisterne, etwa $2\frac{1}{2}$ bis $2\frac{3}{4}'$ über der Backsteinlage ist ein grosser gutgearbeiteter, dichter gusseiserner Hahn fest eingedichtet, um durch denselben die stärkere Lauge abzulassen und in eisernen oder in hölzernen mit Blei ausgefütterten Rinnen der Siedepfanne zuzuführen. Unterhalb dem Hahne und zwar unmittelbar über dem Backsteinboden, ist ein 3 bis $3\frac{1}{2}''$ weites und etwa 9 bis 10″ nach Aussen hervorstehendes gusseisernes Rohr eingelassen und dasselbe zur Sicherheit gut vernietet, in Verbindung mit einem vorgelegten Eisenplättchen (Fig. 57).

Fig. 57.

Abwärts vor jeder Cisterne ist ein grosser viereckiger, aus 2 bis $2\frac{1}{2}$ zölligen Bohlen gefertigter, Behälter aufgestellt, bestimmt den in den Cisternen meist ausgelaugten Rückstand vollends mit Wasser auszuwaschen. Die nach jedesmaligem Umrühren des Gemisches abgeklärte Flüssigkeit wird durch Hähne oder mittelst bleierner Heber abgelassen und in hölzernen (mit Blei ausgelegten) Rinnen in einen Laugenbehälter geleitet.

Der ausgewaschene Rückstand wird hinter den Sodaöfen oder an sonstigen warmen Plätzen der Fabrik getrocknet und zum Theil bei Darstellung der rohen Soda als Kalkzuschlag benutzt;

Digitized by Google

derselbe kann auch zur Verbesserung thoniger Ländereien statt Kalkmergel — und besser als dieser — mit Vortheil verwendet werden.

An der der Kalk-Löschpfanne entgegengesetzten Seite der Cisternenreihen ist der vorhin erwähnte Laugenbehälter in die Erde versenkt; derselbe ist aus $\frac{1}{4}$ bis $\frac{3}{8}$" starken Eisenplatten zusammengeschroben, und es werden seine Schrauben und Fugen mit Eisenkitt dicht verstrichen oder auch mit Bleistückchen verdichtet. Man setzt den Behälter auf eine 1' starke Unterlage von geknetetem Thon, sowie man denselben gleichfalls mit einer gleichstarken Wand von demselben Material durch Festtreten und Feststampfen umgibt.

Man führt für denselben Zweck auch wohl ein rundes, oder besser ein länglich rundes Reservoir aus hartgebrannten Backsteinen in der Erde auf, die man mit einem breiigen Gemisch von 1 Th. gebranntem Gyps, 2 Th. kohlensaurem Kalk und 1 Th. pulverigem Kalkhydrat vermauert. Hierzu kann mit Vortheil jenes gut ausgesüsste Carbonat verwendet werden, welches man bei der Caustisirung des kohlensauren Natrons als Abfall erhält; von dem Mörtel darf man nicht mehr vorräthig halten, als in einem halben Tage verbraucht wird. Dieser Behälter erhält gleichfalls eine Thonunterlage und Thonwände von derselben Stärke wie der eiserne.

Das eine oder das andere dieser Reservoire dient, wie bereits gesagt, zur Aufnahme der durch Aussüssen des kohlensauren Kalks erhaltenen schwächeren und nicht siedewürdigen Laugen, welche man durch eine eiserne, mittelst Dampf in Bewegung gesetzte Pumpe in die eine oder die andere der Cisternen auftreibt, um damit das in derselben befindliche Kalksediment zum ersten Male, statt mit Wasser auszulaugen; der Laugenbehälter muss stets zugedeckt gehalten werden.

Das Verfahren zur Caustisirung des Natroncarbonats besteht nun einfach darin, dass, nachdem man die Cisterne etwa zu $\frac{2}{3}$ ihres Inhaltes mit 14 bis 20 grädiger roher Lauge von den Kübeln (Auslaugekasten) angefüllt hat, durch das Oeffnen der beiden Röhren Dampf eingelassen und dies so lange fortgesetzt wird, bis dieselbe beinahe siedet, eine Temperatur von etwa 92° C. erlangt hat. Hierauf setzt man unter Umrühren (mit leichten eisernen Röhren, an welche man gusseiserne Platten anschraubt, weil hölzerne Rührstangen bald zerfressen werden), das pulver-

Digitized by Google

oder breiförmige Kalkhydrat hinzu, und prüft von Zeit zu Zeit, ob durch Hinzugiessen einer klarabfiltrirten Probe in verdünnte Schwefelsäure keine Kohlensäure-Entwickelung mehr stattfindet. Sobald dieser Zeitpunkt erreicht ist, führt man noch mehr Dampf zu und lässt etwa ½ Stunde sieden, worauf derselbe abgesperrt und die Flüssigkeit der Ruhe überlassen wird. Nach 12 bis 14 Stunden, oft schon früher, wird sich der kohlensaure Kalk tief abgesetzt und die Aetznatronlauge sich geklärt haben, worauf man dieselbe in eine von zwei Siedepfannen leitet, welche, auf einem gemeinschaftlichen Mauerwerk nebeneinander stehend, durch zwei festangeschrobene oder vernietete und verkittete 1½″ weite eiserne Röhren verbunden sind, so dass, wenn die eine der Pfannen gefüllt ist, die Lauge in die andere übergeführt wird. Die Pfannen aus starkem Eisenblech (besser gehämmertes, denn gewalztes), mit doppelter Vernietung, gefertigt, haben eine jede ihr eigenes Feuer und eine jede ist, bei einer Länge von 35′ und einer Breite von 10′, 24″ tief. Statt zwei Pfannen könnte man eben sowohl nur eine, grössere, von dem cubischen Inhalte beider benutzen, allein bei etwa vorkommender Reparatur der einen würde die Arbeit unterbrochen werden müssen, und würde es wohl zu den seltenen Ausnahmen gehören, dass beide zu gleicher Zeit der Ausbesserung bedürften. Das Einkochen der Lauge in den Pfannen geht ununterbrochen fort und werden dieselben stets von den Cisternen aus gespeist. Man benutzt indess nur solche Laugen zum Einkochen, welche keine geringere Stärke zeigen als mindestens von 2½° bis 2° B.; schwächere, welche man durch weitere Behandlung der Cisternenrückstände mit Wasser erhält, sind nicht siedewürdig, sondern werden, wie oben bemerkt, anderweitig zum Auslaugen benutzt.

An jeder Seite des Ofens, welcher die beiden Pfannen trägt, ist ein anderer für Kesselfeuerung aufgeführt. Jeder derselben enthält 5 Kessel von verschiedenem cubischem Inhalte, und ein jeder der Kessel wird durch ein besonderes Feuer geheitzt. Drei dieser gusseisernen Kessel haben oben, ein jeder, einen Durchmesser von 7′ bei einer Tiefe im Mittelpunkte von 34″, die beiden anderen sind, ein jeder, oben 3½′ weit und im Centrum 20″ tief. Die drei grossen Kessel werden mit der Pfanne in Flucht, nach hinten zu, eingemauert, und zwar so, dass der hintere derselben um etwa 4 bis 5″ höher als der zweite und dieser wieder um 4 bis 4½″ höher als der dritte zu stehen kommt; die beiden

Digitized by Google

hinteren Kessel haben angenietete (oder auch wohl angeschrobene) gusseiserne Rinnen, welche in etwas geneigter Richtung von dem ersten zum zweiten und von diesem zu dem dritten führen; die kleinen Kessel werden beide gleichlaufend eingemauert. Wenn die in den Pfannen kochende Flüssigkeit eine Stärke von 29 bis 33° B. erreicht hat, setzt man den Heber ein (derselbe ist von Blei oder Eisen) und lässt in den ersten oder hinteren Kessel ablaufen, und sobald dieser voll ist, werden die beiden anderen durch Nachfliessen der Lauge aus der Pfanne gleichfalls gefüllt werden. Durch Schliessung des Hebers hebt man einstweilen die Verbindung zwischen Pfanne und Kesseln auf, und wenn die Lauge in den letzteren bis etwa zur Hälfte eingekocht ist, lässt man aus der Pfanne wieder langsam nachfliessen, um abermals zu füllen, wodurch der Inhalt des dritten Kessels eine grössere specifische Schwere als der des zweiten, und der des zweiten eine grössere Dichtigkeit als der des ersten oder hinteren Kessels erhält, vorausgesetzt, dass dieselben vom Beginn der Arbeit gleichmässig gefeuert wurden; auf solche Weise wird nun ununterbrochen fortgefahren.

Hat die Lauge im dritten Kessel eine Dichtigkeit von 50 bis 56° B. (= 1,530 bis 1,630 sp. G.) erlangt, dann wird der zunächst stehende kleinere Kessel höchstens zu $\frac{3}{4}$ seines Rauminhalts damit gefüllt und langsam eingekocht, langsam, weil dieselbe in diesem Zustande der Concentration leicht schäumt und steigt. Zum Ausfüllen dieser concentrirten Lauge bedient man sich am besten eines grossen und dabei flachen Löffels (Kelle) aus dickem Eisenblech (Dampfkessel-Eisen, *Boiler-iron*) getrieben und mit einer mehrere Fuss langen runden Eisenstange. als Handhabe, versehen; der Löffel selbst ist bei einem Durchmesser von 12 bis 14″ im Centrum von 4 bis $4\frac{1}{2}$ bis 5″ tief. Der kleine Kessel wird aus dem ihm zunächst stehenden dritten Kessel von Zeit zu Zeit mit Lauge nachgefüllt. Nachdem diese Lauge so weit eingekocht ist, dass etwas derselben auf ein kaltes Blech gegossen augenblicklich erstarrt und, nach dem völligen Erkalten, sich leicht in Stücke zerbrechen lässt, füllt man von derselben mit der Kelle den anderen kleinen Kessel (den Schmelzkessel) zu $\frac{2}{3}$ an und kocht langsam ein. Sobald aus der flüssigen Masse das Aufsteigen von Wasserdämpfen mehr und mehr nachlässt, wird die Hitze durch Vorziehen des Feuers etwas vermindert, worauf man käufliches salpetersaures Natron nach und nach und in klei-

Digitized by Google

nen Portionen zusetzt, um die in der Masse enthaltenen Schwefelverbindungen (von Natrium und Eisen) zu zersetzen. Nach jedesmaligem Eintragen schäumt und steigt die Masse in Folge starker Entwickelung von Ammoniakgas, weshalb man dabei vorsichtig zu Werke zu gehen hat. Wenn nach späteren Zusätzen von Natronsalpeter die Ammoniakentwickelung fast oder ganz aufhört, ist dies ein Zeichen, dass die Zersetzung der Schwefelverbindungen ihrem Ende zugeht, weshalb man den Kesselinhalt darauf zu prüfen hat.

Für diesen Zweck nimmt man mittelst eines eisernen Spatels etwas davon heraus, lässt erkalten, löst in reinem Wasser auf, filtrirt und steckt in die klare Flüssigkeit ein blankes Silberplättchen oder besser, setzt etwas Bleizuckersolution hinzu. Läuft das Silber gefärbt an, oder ist der durch die Bleiauflösung entstandene Niederschlag nicht von rein weisser Farbe, sondern hat derselbe einen Stich in's Bräunliche oder Gelbliche, so ist dies ein Zeichen, dass die Zersetzung der Schwefelverbindungen noch nicht gänzlich vor sich gegangen ist. Man hat deshalb noch mehr Salpeter hinzuzufügen, wie es überhaupt besser ist einen geringen Ueberschuss davon in der Masse zu haben. Man gebraucht, je nachdem die Masse mehr oder weniger Schwefelverbindungen enthält, von $2\frac{1}{2}$ bis 5 % Natronsalpeter für 100 Th. des geschmolzenen Natronhydrats, wobei die Güte des Salpeters natürlich auch in Betracht zu ziehen ist.

Ist nun der Zeitpunkt erreicht, wo eine klarfiltrirte Auflösung des Natrons metallisches Silber durchaus nicht mehr färbt, oder in derselben durch Bleisolution ein rein-weisser Niederschlag entsteht, so wird mit weiterem Salpeterzusatz aufgehört. Jetzt wird das Feuer verstärkt und die Hitze nach und nach bis zum schwachen Rothglühen des Kessels gesteigert. Sobald die Masse im Kessel sich klärt und ruhig wie Oel fliesst, ist die Arbeit als beendigt anzusehen. Man lässt das Natron etwa 15 Minuten länger im Kessel, während welcher Zeit man das Feuer unter demselben entfernt und die Thür wieder verschliesst, so auch sperrt man die Züge, welche nach der Esse führen, ab, um den Kessel nicht zu schnell abzukühlen, und füllt darauf mit demselben Löffel, dessen man sich schon vorher bediente, das Natron in die bereits mit Oel ausgeriebenen Formen. Wenn der Kessel so weit abgekühlt ist, dass ein Zerspringen desselben nicht mehr zu be-

Digitized by Google

fürchten steht, so füllt man ihn wieder mit der concentrirten Lauge aus dem andern kleinen Kessel.

Nachdem man verschiedenartige Formen von Gusseisen versucht hatte, fand man, dass gusseiserne Mulden die besten derartigen Utensilien seien; eine solche Mulde ist, bei einer Eisenstärke von 1 bis $1\frac{1}{4}$", 27" im Lichten lang und im Mittelpunkte 14" tief. Nach dem Erkalten gibt man — nicht zu feste — Hammerschläge an der Mulde herum, wodurch der Natronkuchen in einem Stück leicht herausgebracht wird. Je zwei solcher Kuchen werden, mit ihren flachen Seiten aneinander gestellt, in eigens dazu aus Eichenholz gefertigte Fässer verpackt, die man vorher mit dünnem Kalkbrei ausgestrichen und wieder hatte trocken werden lassen.

Während des Kochens der Aetznatronlauge fällt in den Pfannen, hin und wieder auch in den ersten beiden Kesseln ein Salzgemisch aus derselben nieder, welches wieder erzeugtes Natronsulphat und Natroncarbonat enthält, nebst etwas unzersetzt gebliebenem Kochsalz, Aetznatron und Schmutztheilen. Dasselbe wird auf eiserne Kasten mit perforirten Böden geschlagen, um die Lauge möglichst absiekern zu lassen. Hat sich ein Vorrath davon angesammelt, dann wird es im Sodaofen, als Zuschlag oder für sich, mit Kalkcarbonat und Kohle gemengt, wieder übergearbeitet. Eine mit dem gutausgetrockneten Salzgemisch angestellte Prüfung zeigte, dass dasselbe $46\frac{1}{2}$ pCt. schwefelsaures und $33\frac{3}{4}$ pCt. kohlensaures Natron, ein wenig mehr als $\frac{1}{2}$ pCt. Kochsalz, $\frac{1}{4}$ pCt. in Wasser unauflösliche Schmutztheile und $16\frac{1}{2}$ pCt. Aetznatron, Schwefelnatrium-Eisen enthalte; das an 100 Theilen Fehlende bestand in 2 pCt. Wasser und Verlust.

Gewissenlose Fabrikanten setzen von diesem ausgekochten Salzgemisch der im Schmelzkessel befindlichen Natronmasse hinzu, ehe sie Natronsalpeter eintragen, um die Quantität — schmutzigen Vortheils halber — zu vermehren, wodurch sie den Consumenten der Soda, meistens Nichtchemiker, erheblichen Nachtheil bringen, weil durch jene Zusätze die Procentigkeit an ätzendem Natron sehr vermindert wird. Ja, solche entblöden sich aus demselben Grunde nicht, das Aetznatron in Hülle und Fülle absichtlich mit Kochsalz zu versetzen. So ist mir mehrfach Aetznatron zur Untersuchung zugesandt worden, in welchem ich 22 pCt., ja sogar 24 pCt. Unreinigkeiten fand, dem grössten Antheile nach aus Kochsalz bestehend. Geringe Mengen dieses Salzes, sowie

Digitized by Google

auch etwas Glaubersalz und Eisenoxyd sind bei diesem Handelsartikel zu entschuldigen, da die beiden letzteren durch die Zersetzung der Sulphuride des Natriums und Eisens mittelst Natronsalpeter erzeugt werden; das Eisenoxyd ist mechanisch der Sodamasse beigemengt und verbleibt beim Auflösen derselben in Wasser, als unauflöslicher Rückstand. So auch sind in diesem commerciellen Aetznatron geringe Mengen von Kiesel- und Thonerde zu übersehen, sowie unterschwefligsaures Natron, welches zuweilen darin vorkommt.

Berechnung.

48 Kuchen roher Soda (à 670 Pf.) = 32,160 Pfund,
4 Arbeitslöhne für das Mahlen der rohen Soda.
6 Arbeitslöhne für das Auslaugen der rohen Soda.
3½ Arbeitslöhne beim Eintragen des Kalkhydrats in die Cisternen, für Auslaugen des Kalkcarbonnats u. s. w.,
227 Pfund Natron- oder Chilisalpeter,
60.000 Pfund bituminöse Schwarzkohle zu den Feuerungen,
6 Pfund fettes Oel zum Einölen der Mulden und zum Abreiben der Hände, 20 Arbeitslöhne beim Einkochen und beim Schmelzen des Natrons.

Erhalten 9,475 Pfund Aetznatron von 69,5 Natronprocenten nach dem Alkalimeter, = 89,4 pCt. reinen Hydrats.

Gereinigtes Chlornatrium.

Na + Cl.

(Gereinigtes salzsaures Natron, Gereinigtes Kochsalz; Natrium chloratum depuratum, Natrum muriaticum depuratum; Chlorure de sodium purifié, Hydrochlorate ou Muriate de soude p.; Depurated or purified chloride of sodium, Hydrochlorate or M. of soda.

Ein vollkommen chemisch-reines Chlornatrium dürfte sich wohl nur durch direkte Behandlung von chemisch-reinem, ätzenden oder kohlensauren Natron mit reiner Salzsäure und Eindampfen

Digitized by Google

der erhaltenen neutralen Flüssigkeit in einer porcellanenen Schaale zur Trockne darstellen lassen; einen weniger, doch für die gewöhnlichen Zwecke genügend reinen Artikel kann man aus käuflichem Kochsalz sich verschaffen.

Das Kochsalz des Handels enthält Gyps und Glaubersalz — manche, und namentlich amerikanische, Arten sind jedoch gänzlich frei von beiden — Chlormagnesium, Chlorcalcium, auch, wiewohl selten, Spuren von Chlorkalium, Chlorammonium, Bromide und Jodide. Wenn es nun eine geringe Aufgabe ist, die Chloride des Calciums und Magnesiums zu zersetzen, so ist es aber doch fast unmöglich die vier letztgenannten Verbindungen zu entfernen; es sei denn, dass man aus der von Magnesia- und Kalksalzen bereits befreiten Auflösung das Kochsalz durch Eindampfen aussogge, rechtzeitig ausnehme, um auf diese Weise dieselben in der verbleibenden Mutterlauge, nebst einer beträchtlichen Menge Chlornatrium zurückzuhalten; und dennoch hängen dem frühzeitig ausgeschlagenen Salze noch Spuren der anderen Verbindungen an.

Ich habe in früheren Zeiten das Kochsalz nach der von Fuchs angegebenen Methode gereinigt, nach welcher dasselbe, um die Magnesia abzuscheiden, in Kalkwasser gelöst und dann filtrirt wird; die vorhandene Schwefelsäure wird mit Chlorbaryum niedergeschlagen, filtrirt und zuletzt durch kohlensaures Ammoniak der Kalk und Baryt entfernt. Die filtrirte Auflösung wurde alsdann im silbernen Kessel zur Trockne abgedampft, das erhaltene und darauf im Platintiegel ausgeglühte Salz zeigte sich bei der damit vorgenommenen Prüfung, ausser einer Spur Chlorkalium, frei von anderen fremdartigen Beimischungen.

Da diese Methode, um aus dem Salze den gebildeten Salmiak durch Ausglühen im Platintiegel zu entfernen, umständlich war, indem der letztere mit der in Arbeit befindlichen Salzmenge mehrmals angefüllt werden musste, so wurde sie dahin abgeändert, dass man eine concentrirte Kochsalzauflösung zuerst mit dünner Kalkmilch, dann mit einer Auflösung von salzsaurem Baryt, darauf mit kohlensaurem Natron und zuletzt mit reiner Salzsäure behandelte.

Zu dem Ende wurden 50 Pf. käufliches Kochsalz in einem grossen Steintopfe in 5 Eimer (60 Quart) Regenwassers aufgelöst und darauf $\frac{1}{2}$ Pf. frischgebrannter Kalk, mit Wasser zu einer dünnen Milch gelöscht, hinzugesetzt. Man liess das Gemisch einige

Digitized by Google

Tage in der Nähe des Sandbades stehen, während welcher Zeit dasselbe mit einem reinen hölzernen Spatel öfters umgerührt und dann durch einen leinenen Spitzbeutel filtrirt wurde. Diese Flüssigkeit präcipitirte man mit einer Auflösung von salzsaurem Baryt und filtrirte durch, über ein ausgespanntes leinenes Tuch gelegtes, Papier; es wurden dazu 18 Unzen Chlorbaryum verbraucht. Die klare Auflösung behandelte man nun mit kohlensaurem Natron, wovon $1\frac{1}{4}$ Pf. erfordert wurden. Man liess den erzeugten Niederschlag sich lagern, worauf abermals durch Leinwand und Papier filtrirt wurde. Die klare Flüssigkeit gab man in einen reinen Steintopf, neutralisirte mit reiner Salzsäure, wovon $\frac{5}{16}$ Pf. nöthig waren und kochte im silbernen Kessel ein; das ausfallende Salz wurde mit dem silbernen Löffel ausgeschlagen, später in porcellanenen Schaalen im Sandbade zur staubigen Trockne gebracht und in verschlossenen Flaschen mit weiten Mündungen aufbewahrt. Man erhielt von den in Anwendung gezogenen 50 Pfunden gewöhnlichen Kochsalzes 46 Pf. gereinigtes, welches etwas Chlorkalium enthielt und vollkommen weiss von Farbe war.

Schwefelsaures Natron.

$$NaO + SO_3 + 10\,HO.$$
$$NaO + SO_3.$$

(Glaubersalz, Wundersalz, Schwefelsaures Mineralalkali, Vitriolisirte Soda; Natrium oxydatum sulphuricum, Natrum sulphuricum, Sal mirabile Glauberi, Alkali minerale sulphuricum, Soda vitriolata; Sulfate de soude, Sel de Glauber; Sulphate of soda, Glaubers salt.)

Das Glaubersalz gewinnt man auf verschiedenartige Weise, als

1. Bei Zersetzung des schwefelsauren Ammoniaks durch Kochsalz. (M. s. bei dem Artikel »Chlorammonium«.)

2. Aus dem Pfannenstein und der concentrirten Mutterlauge der Salinen, welcher erstere in grossen hölzernen

Digitized by Google

Cisternen mit Wasser, unter Zuführung von Dampf ausgelaugt wird. In der Winterkälte tauschen die in der geklärten Flüssigkeit enthaltenen Substanzen: Kochsalz, Bittersalz und Gyps gegenseitig ihre Säuren aus. Auf diese Weise erhält man in der Königlich-Preussischen chemischen Fabrik zu Schönebeck bei Magdeburg enorme Quantitäten von Glaubersalz.

3. Aus Kochsalz und Eisenvitriol; wenn man den letzteren, wie in der Nähe des Unterharzes (Goslar), billig haben kann. Ich habe einige Winter hindurch auf diese Weise Glaubersalz in ansehnlichen Mengen fabricirt.

Etwa 6″ über dem Boden eines 2′ oberhalb der Erde, auf einem Gerüste stehenden grossen Bottichs oder Cisterne, aus 1½ zölligen Fichten-Bohlen gefertigt, wird ein einzölliges eisernes (besser kupfernes oder bleiernes) Rohr, welches mit dem Dampfkessel in Verbindung steht, in 2 bis 3 Windungen angebracht. Nachdem etwa 84 Eimer (= 1000 Quart) Wasser in das Gefäss gepumpt worden, führt man Dampf ein und, wenn das Wasser fast den Siedepunkt erreicht hat, löst man nach und nach 1000 Pf. Eisenvitriol und 670 Pf. Kochsalz darin auf; die heisse Auflösung zapft man sogleich durch einen grossen hölzernen Hahn ab, und führt sie in hölzernen Rinnen in die Krystallisationsgefässe.

Dieselben sind flache Cisternen, welche aus mit Backsteinen belegten Thonböden und aus Thon- und doppelten Backsteinwänden bestehen; sie sind oberhalb der Erde aufgeführt und haben je einen Längedurchmesser von 20′, sind 12 bis 14′ weit und 12″ tief im Lichten; man kann dieselben nach Belieben auch länger und weiter aufführen.

Bei der Anlage dieser Cisternen gräbt man zuvörderst den Boden 14 bis 18″ tief und lässt schon vorher mit etwas Wasser angefeuchteten und mit den Füssen verarbeiteten fetten Thon fest und gleichmässig eintreten. Nachdem diess geschehen, wird der Thonlage durch Schaufelziehhacke und eisernen Roller eine wagerechte Fläche gegeben, worauf man diesen Thonboden vollkommen horizontal mit Backsteinen belegt und dieselben mit einem aus geknetetem Thon, etwas gelöschtem Kalk und Sand gemischten Mörtel verstreicht; und, damit der Thonboden während des Belegens mit den Steinen keine Eindrücke erleide, überhaupt nicht beschädigt werde, hält man die noch unbelegten Stellen desselben mit Brettern bedeckt. Nach Fertigung desselben führt

Digitized by Google

man die inneren Backsteinwände, in der Länge von 20 und in der Weite von 12 bis 14′ und 10″ hoch auf, wobei man sich des vorhin angegebenen Mörtels gleichfalls bedient; und, ist auch dies geschehen, dann errichtet man die äussere Backsteinwand oder die Umfassungsmauer, 12″ von der inneren Wand entfernt. Dieser leere Raum wird durch festes Eintreten und durch Feststampfen mit einem hölzernen Stampfer mit derselben zähen Thonmasse angefüllt, wie man zu dem Unterboden gebraucht hatte; doch ehe solches geschieht, werden 12 bis 14″ breite Bretter (Dielen) an die Seiten der inneren Wand sowohl als an die Aussenseiten der Umfassungsmauer, in ihrer Weite, angelegt und durch mehrere Strebehölzer fest gehalten, damit, beim Eintreten des Thons die Wände sich nicht auseinander begeben. Wenn diese von den Backsteinwänden eingeschlossene Thonwand gleichfalls aufgeführt ist, belegt man deren Oberfläche mit Backsteinen, ihrer Breite nach, und verwendet zur Verbindung derselben gleichfalls den oben erwähnten Mörtel.

In die gemischte Auflösung von Eisenvitriol und Kochsalz, welche in die Cisternen 10 bis 11″ hoch zum Krystallisiren geleitet worden, legt man in verschiedenen Richtungen reine Holzzweige (Ruthen) und anderweitige lange und nicht zu dicke Holztheile hinein, damit das sich bildende Glaubersalz an denselben in Krystallen sich absetze. Je nach der Temperatur der Luft ist die erste Krystallisation früher oder später beendigt, und oft schon nach 24 Stunden kann das gebildete Salz von der Lauge getrennt werden. Die Lauge wird von dem auskrystallisirten Salze durch bleierne Heber in ein in der Nähe befindliches Bassin abgelassen, welches man in der Erde von Backsteinen und getretenem Thon ebenso aufführt, wie unter dem Artikel »Aetznatron« beschrieben worden ist.

Das Glaubersalz wird in, über den Cisternen auf Querhölzern stehende Körbe geschlagen, damit die anhängende Lauge abtröpfele; die im Bassin befindliche Lauge wird zurück in das hölzerne Gefäss gepumpt, in demselben durch Dampf weiter verdunstet, dann in die Cisternen zur Krystallisation zurückgegeben, und so fährt man fort, bis wenig oder kein Glaubersalz mehr erhalten wird.

Beim Auflösen der beiden ersten Anschüsse in $1\frac{1}{2}$ Theilen Wassers — im tiefen eisernen Kessel oder in einem hölzernen Gefässe durch Dampf — unter Zusatz von etwas ätzendem oder

Digitized by Google

kohlensaurem Natron und etwas Thierkohle, in erbsen- bis bohnengrossen Stücken, Abklären und Krystallisiren der Lauge in reinen und dichten, flachen hölzernen Gefässen erhält man das Glaubersalz von tadelloser Beschaffenheit. Was die übrigen Anschüsse belangt, so werden dieselben in der Lauge von dem auskrystallisirten reinen Salze aufgelöst und in die flachen hölzernen Gefässe gleichfalls zur Krystallisation gegeben; doch hat man dann noch etwas Sodalauge zuzusetzen, um das anhängende und in die Lamellen der rohen Krystalle eingeschlossene Eisenchlorür zu zersetzen, im andern Falle wird das zu Anfang ungefärbt erscheinende Glaubersalz, nach einigen Tagen schon, gelb und gelblichgrün gefärbt sich zeigen. Wenn man von dem allerletzten Glaubersalze eine hinreichende Menge vorräthig hat, dann thut man besser, dies gefärbte Salz in einem kleinen Calcinirofen schwach zu glühen, die erhaltene Masse in dem hölzernen Gefässe durch hindurchgeleiteten Dampf in Wasser zu lösen, die Lauge absetzen zu lassen und in die flachen hölzernen Krystallisirgefässe zu bringen.

Man erhielt aus 1000 Pf. Eisenvitriol und 670 Pf. Kochsalz niemals mehr als zwischen 1100 bis 1150 Pf. gutes weisses Glaubersalz, da von demselben zu viel in der rohen oder ersten Mutterlauge verblieb. Diese Mutterlauge, welche Eisenchlorür der grössten Menge nach, Glaubersalz, Kochsalz, unzersetzten Vitriol, Kupfer und Zink enthält, kann, wie in dem Artikel »Salmiak« angegeben, zu dessen Bereitung benutzt werden.

Wenn man in einem Calcinirofen mit flacher Vertiefung 1500 Pf. Eisenvitriol in seinem Krystallwasser zergehen lässt, dann 990 Pf. Kochsalz hinzusetzt, darauf mit einer eisernen Krücke gut durch einander arbeitet und zuletzt eine Stunde stark glüht, dann erhält man nach dem Ausziehen aus dem Ofen eine rothe glasige Masse. Diese Masse bricht man mit einem Hammer auf, behandelt sie in dem hölzernen Auflösegefässe mit Wasser und Dampf, lässt die erhaltene Lauge sich gehörig abklären, und bringt dieselbe in flache hölzerne Gefässe zur Krystallisation.

Man erhielt auf diesem Wege von 1500 Pf. Vitriol und 990 Pf. Kochsalz, 1860 Pf. des besten Glaubersalzes und einen Colcother von sehr schöner Farbe.

Das weisse Glaubersalz (im trocknen Zustande), welches gegenwärtig dargestellt wird, erhält man ohnstreitig

Digitized by Google

4. Durch Zersetzung des Kochsalzes mittelst Schwefelsäure sowohl in gläsernen Retorten und eisernen Cylindern (m. s. unter »Salzsäure«) als auch in Flammöfen.

Soll aus der erhaltenen trocknen Salzmasse *(Salt-cake)* krystallisirtes Glaubersalz hergestellt werden, dann wird davon in heissem Wasser gelöst, die erhaltene Auflösung nach und nach mit so viel dünnem Aetzkalkbrei versetzt, als erforderlich ist, die freie Säure zu neutralisiren; ein Mehr davon ist schädlich, weil man dadurch an Glaubersalz verlieren würde. Nach dem Absetzen des Gypses wird die Flüssigkeit eingedampft, wobei das unzersetzt gebliebene Kochsalz ausfällt; die concentrirte Auflösung wird zur Krystallisation des Glaubersalzes der Kälte ausgesetzt.

Die grösste Menge schwefelsauren Natrons, welches man für die Bereitung von Soda verwendet, wird, wie bereits oben unter dem Artikel »Salzsäure« erwähnt wurde, durch die Zersetzung des Kochsalzes in Flammöfen *(reverberatory-furnaces, sulphat-furnaces, salt-cake-furnaces)* bereitet.

Diese Oefen stehen mit langen Reihen grosser irdener Krüge oder, statt dieser, mit aus Steinplatten zusammengesetzten Gefässen, welche zu $\frac{1}{3}$ mit Wasser gefüllt sind, in Verbindung, um das in den Oefen entwickelte salzsaure Gas zu verdichten; was hier nicht absorbirt, wird durch einen überwölbten Kanal weiter geführt nach hohen, thurmartigen, aus Werkstücken erbauten Schächten oder in aus Sandsteinplatten aufgeführte kastenartige Behälter (*condenser's; condensateur's*). Zu unterst wird in dem Condensator, 8 bis 9″ über dessen Boden, eine mit vielen Löchern versehene Steinplatte fest aufgelegt, und der Raum oberhalb dieser mit Cokes angefüllt oder mit hohlen irdenen Kugeln, deren eine jede mit 2 bis 3 Löchern, von $\frac{3}{4}$ bis 1″ Weite, versehen ist. Die Säure, welche man in den Condensatoren erhält, ist nicht stärker als von 10 bis 15° B., meistens schwächer, weil man durch einen perforirten Deckboden (in Perioden) Wasser als feinen Staubregen auf die Cokes oder die Kugeln herabfliessen lässt, um das salzsaure Gas zu verdichten. Diese Säure wird in den irdenen Krügen oder sandsteinenen Recipienten vorgeschlagen, um sie daselbst zu concentriren; hat man keine Verwendung für die grosse Masse dieser schwachen Säure, dann lässt man sie in unterirdischen Kanälen von durchfliessendem Wasser verschlucken und fortlaufen.

Digitized by Google

Die Anfertigung der Sandsteinvorlage anlangend, so werden auf der inneren Seite des Unterbodens, einige Zoll vom Rande entfernt, geradelaufende Rinnen oder Furchen ausgemeisselt, welche zur Aufnahme der vier Seitenwände dienen. An die Ränder der beiden längeren Wände haut man Falze ein, um die schmäleren Wände an diese Falze genau anlegen zu können. Die oberen Kanten der vier Wände erhalten gleichfalls ausgehauene Falze, bestimmt für die Aufnahme des Deckels oder Oberbodens. Solche Vorlagen macht man meistens von 5′ Länge, bei $3\frac{1}{4}$ bis $3\frac{3}{4}$′ Breite und $3\frac{1}{2}$ bis 4′ hoch, und verbindet sie untereinander durch 6 bis 7″ weite gutgebrannte irdene Röhren; die Vorlagen haben je oben eine, durch einen gebrannten Thonstöpsel verschliessbare, zweizöllige Oeffnung zum Einlassen von Wasser oder schwacher Säure und unten, oberhalb des Bodens einen irdenen Hahn zum Ablassen der Säure.

Die Condensatoren fertigt man aus Sandsteinplatten ebenso an, nur mit dem Unterschiede, dass, wie oben bemerkt, etwa 8 bis 9″ über dem Unterboden eine perforirte Platte angebracht und gleichfalls mit einer solchen das Gefäss bedeckt wird. Diesen Oberboden senkt man tiefer ein, so dass zwischen ihm und dem Rande des Condensators ein $1\frac{1}{4}$″ bis 2″ hoher offener Raum bleibt, und das zugehende Wasser nicht über das Gefäss oder dessen Rand hinwegfliessen kann. Der Raum zwischen den beiden durchlöcherten Platten des Gefässes wird mit Cokes oder den bereits erwähnten Kugeln angefüllt. Dieser kastenförmigen Condensatoren hat man drei bis vier — nach Umständen mehr —, welche durch dichte, sandsteinene Kanäle oder gut gebrannte irdene Röhren, oben und unten abwechselnd, miteinander verbunden sind; sie sind, bei einer Länge von 8′, 6′ breit und $4\frac{1}{2}$ bis 5′ hoch, stehen auf einem starken Fundament (um 5 bis $5\frac{1}{2}$′ höher als die Vorlagen) und haben über dem Boden ein gebogenes Glasrohr (Fig. 58), zum Ableiten der Säure in ein Bassin unterhalb der Erde, um sie daselbst von Kalkstein verschlucken zu lassen, und die dadurch entwickelte Kohlensäure für mancherlei Zwecke zu benutzen. Oder man leitet die aus dem Glasrohr fliessende Säure in die sandsteinenen Vorlagen, um sie in diesen zu concentriren, oder lässt sie, wie oben gesagt, durch einen Kanal fortlaufen.

Fig. 58.

Ehe man die zugerichteten Sandsteinplatten zu Vorlagen und Condensatoren zusammensetzt, legt man dieselben horizontal auf

Digitized by Google

einem niedrigen Gefässe nieder und überstreicht sie auf beiden Seiten einigemal mit heissem Steinkohlentheer, dem etwas (feines) Schwerspathmehl untermengt worden. Sobald der letzte Anstrich eingesogen und die Platten hinreichend abgetrocknet sind, werden die ausgemeisselten Rinnen mit einem fetten Kitt dick ausgestrichen und die beiden langen Platten (zuerst) eingesetzt, worauf die Falze derselben gleichfalls mit Kitt ausgelegt, dann die beiden anderen Platten eingesetzt und durch leichte Schläge mittelst eines hölzernen Hammers fest in die Falze getrieben werden. Hiernächst legt man Oben und Unten ein eisernes Band um, welches durch einen Bolzen fest angezogen wird, worauf man die Fugen inseits und ausserhalb mit demselben Kitt verstreicht. Endlich deckt man mit dem Oberboden das Gefäss zu, und verdichtet auch hier die Fugen mit Kitt. Oft nach einer Woche schon ist der Kitt fest genug geworden, um die Bänder, ohne Gefahr, abnehmen und zum Anzwängen eines andern Gefässes der Art oder überhaupt anderweitig benutzen zu können.

Der Kitt, dessen man sich bei diesen und vielen anderen Verdichtungen bedient, wird auf die Weise bereitet, dass man in einem geräumigen gusseisernen Kessel (oder besser in einem kupfernen) 6 Pf. zerschnittenes Federharz (Caoutchouc) in 28 Pf. Leinöl unter stetem Umrühren und so lange siedet, bis sich dasselbe aufgelöst, d. h. bis sich eine vollkommen homogene Masse gebildet hat, worauf man in derselben noch 4 Pf. gewöhnliches Harz auflöst. Von dieser Masse nimmt man nun — wenn das Ganze nicht gleich zu Kitt verarbeitet werden soll — eine beliebige Quantität, stösst mit derselben ein Gemisch von 2 Th. feingemahlenem Schwerspath, 3 Th. getrocknetem und höchst feingepulvertem Thon und $\frac{1}{16}$ Th. feingepulverter Bleiglätte in einem eisernen Mörser zusammen und arbeitet daraus, durch Kneten und Schlagen auf einer flachen Unterlage von Stein oder hartem Holz, eine zähe Paste.

Die hohen Schächte oder thurmartigen Condensatoren führt man aus Werkstücken, ebenfalls mit einem Gemenge von heissem Steinkohlentheer und Schwerspathpulver getränkt, in einer Höhe von 30′ und mehr, ja selbst 60 bis 70′ hoch auf; doch reichen 30′ hohe, deren man zwei bis drei durch irdene Röhren-Reihen, welche von dem einen nach dem andern hin abwärts laufen, verbindet, vollkommen aus. Das Wenige des im letzten Condensator nicht verdichteten Gases führt man in einem unterirdischen Kanale

Digitized by Google

über fliessendes Wasser fort, oder der für sämmtliche Rauchabzüge dienenden grossen Esse (Schornstein; *Chimney; Big stalk*) zu. Das Abziehen dieses nicht verdichteten Gases wird dadurch sehr begünstigt, dass ausserhalb der entgegengesetzten Seite des Sandsteinreservoirs (da, wo die Röhrenreihen vom letzten Condensator einmünden), wo dasselbe mit dem unterirdischen Kanale in Verbindung steht, man durch ein eingesetztes eisernes (besser bleiernes) Rohr Dampf einlässt.

Die Schächte haben einen inneren quadratischen Durchmesser von 3 ½ bis 4', sind zwischen einer Verzimmerung oder einem Balkengerüste aufgeführt, und stehen, unten mit einem Sammelkasten (Reservoir) für die herunterfallende liquide Säure verbunden, auf einem sehr festen Fundament (Steinunterlage). Die einzelnen gutbehauenen Werkstücke werden mit dem obenangegebenen schwerspath- und thonhaltigen Leinölkitt verdichtet, die inneren und äusseren Fugen derselben mit Hanfwerg und demselben Kitt verkorkt (verstopft), und zuletzt noch mit einem warmen Gemisch von Colophonium und Kohlentheer verstrichen, welches alsbald in den Fugen erstarrt.

Die Oefen zur Erzeugung des schwefelsauren Natrons (Sulphatöfen) anlangend, so hat man denselben verschiedenartige Einrichtungen gegeben. Wenn man hier in einem und demselben Ofen die aus dem Kochsalz- und Schwefelsäuregemisch erzeugte Salzsäure vollkommen austreibt und das erhaltene Glaubersalz in demselben zugleich calcinirt, so hat man dort Oefen, die in einer und derselben Mauerverbindung aus zwei Appartements bestehen; ja, hin und wieder sind diese Oefen ganz und gar getrennt, so dass in dem einen die Salzsäure ausgetrieben wird, während der andere nur zum Calciniren des Glaubersalzes dient. In der einen Art Oefen entwickelt man das salzsaure Gas in einer im Hintertheile desselben versenkten bleiernen Pfanne und lässt dasselbe mit den glühenden Gasen der Feuerung zusammen, von den Zügen h h aus, durch einen gemauerten Kanal und von da durch die Verdichtungsgefässe streichen; das beinahe fertig gemachte Natronsulphat bringt man alsdann, um die Pfanne nicht zu schmelzen, auf die Backsteinsohle (aus Charmottesteinen gefertigt) des Vordertheils des Ofens, wo die letzten Antheile der Säure ausgetrieben werden und die Masse calcinirt wird. In Fig. 59 ist ein solcher Ofen gezeichnet.

Digitized by Google

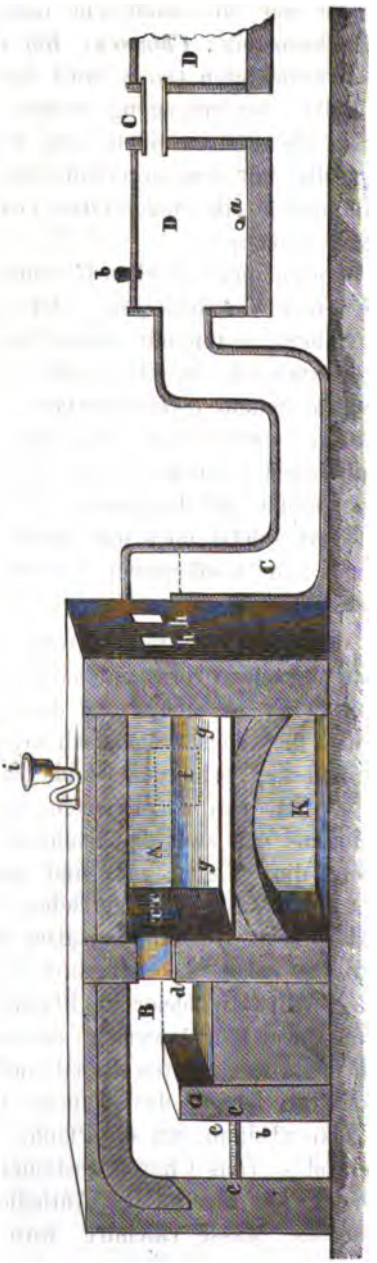


Fig. 59.

Der Hinterraum A enthält die bleierne Pfanne g g. — Bei f befindet sich eine Oeffnung in dem Gemäuer, welche mit Charmottesteinen und Thon verschlossen ist, aber geöffnet wird, wenn die zähe Masse herausgenommen und die Pfanne auf's Neue mit Kochsalz beschickt werden soll. Das Herausnehmen der feuchten Glaubersalzmasse geschieht entweder mittelst eines langstieligen eisernen Löffels, oder man rechet dieselbe mittelst einer eisernen Krücke durch eine in dem Boden befindliche Oeffnung aus, und fällt dieselbe dann in den unter dem Ofen offenen Raum k; während der Operation ist diese Oeffnung durch eine Bleithür verschlossen. In dem Vorderraum B wird alle der Glaubersalzmasse anhängende Säure ausgetrieben, uud durch Durchziehen und Umwenden mit einer eisernen Krücke und einem breiten eisernen Spatel (Wendeeisen) calcinirt; — a ist die Feuerbrücke, b der Aschenfall, c der Feuerraum, e e der Rostheerd, bei d ist die verschliessbare Oeffnung zum Arbeiten in B. — Bei x x

Digitized by Google

geht die Flamme durch 5 Schlitze in den Hinterraum A; — i ist ein bleierner Trichter zum Einlassen der nöthigen Menge Schwefelsäure auf das in der Bleipfanne befindliche Kochsalz; h h sind die Züge, welche das warme salzsaure Gas durch einen ein bis zwei Fuss weiten, gemauerten und gewölbten, oder mit Sandsteinplatten belegten Kanal C in die Vorlage D führen und von da durch ein 7″ weites Rohr von gebranntem Thon in die zweite Vorlage D, und so fort; bei a in D ist der irdene Hahn zum Abzapfen der Säure angebracht und b in D ist ein Thonstöpsel, welcher die zum Einlassen von Wasser oder schwacher Säure dienende Oeffnung verschliesst. — Man kann den Kanal C auch in wagerechter Richtung, für mehrere Fuss von dem Ofen, legen und denselben dann durch eine 15 bis 18″ im Lichten weite, gebrannte thönerne Röhre mit der Vorlage D verbinden.

Ein anderer Ofen (Fig. 60) ist gleichfalls in zwei besondere Räume A und B getheilt, allein das entwickelte salzsaure Gas und die heissen Gase der Feuerung werden, durch eine in dem Ofen angebrachte Vorrichtung, für sich oder getrennt, ausgetrieben. Während nämlich in dem Ofen Fig. 59 das Feuer über das Calcinationsbett und über das in der Pfanne befindliche Gemisch von Kochsalz und Schwefelsäure hinwegstreicht, geht hier das Feuer zuerst über das auf dem Bett liegende Sulphat, steigt dann abwärts und erhitzt das Gemisch von Salz und Säure in der Pfanne von unten; der Rauch aber zieht dann weiter abwärts und das salzsaure Gas wird durch irdene Röhren in grosse irdene Krüge oder in Vorlagen von Sandstein geleitet.

Fig. 60 zeigt den Ofen im senkrechten Längendurchschnitt, und Fig. 61 im Grundrisse.

Digitized by Google

Fig. 60.

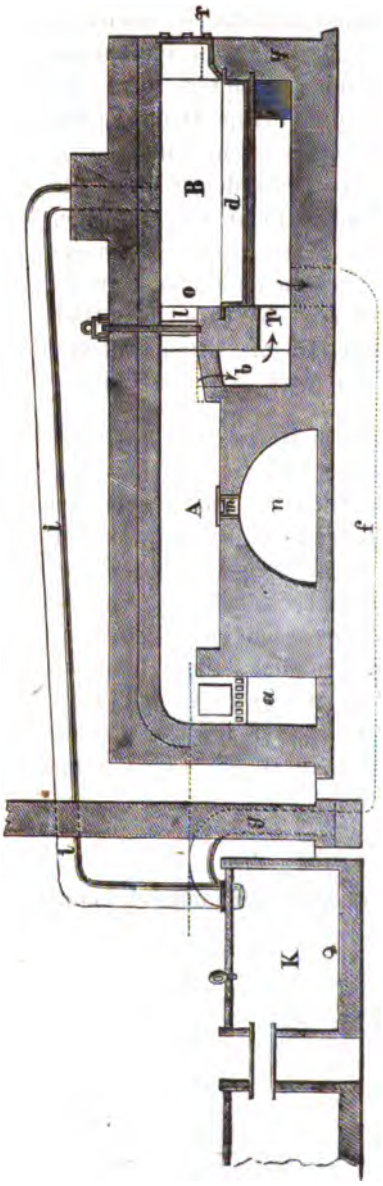
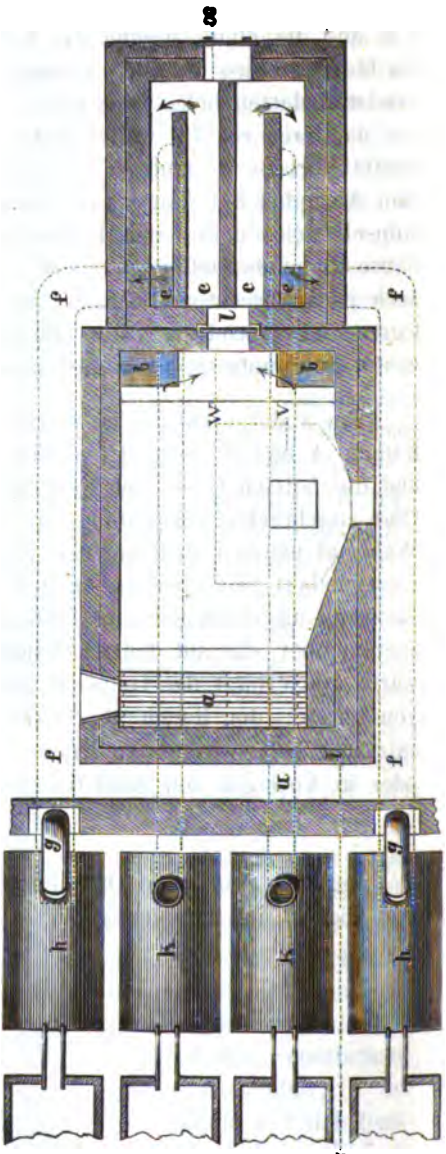


Fig. 61.



Digitized by Google

Das über dem Roste a brennende Feuer spielt zuerst über die auf der Sohle des Vorderraums A ausgebreitete Masse, steigt dann durch die Oeffnungen b b senkrecht abwärts, wendet sich nach der Mitte, und tritt bei c c unter den Boden der bleiernen Pfanne d in den Hinterraum B. — Der Rauch zieht dann nach den Oeffnungen e e, entweicht durch die Kanäle f f beiden Seiten des Ofens entlang, geht durch die aufsteigenden kurzen irdenen Röhren g g und gelangt durch diese in zwei Reihen aus Sandsteinplatten zusammengesetzter Kasten h h, in denen Wasser vorgeschlagen ist. — Statt dieser Kasten wendet man auch grosse, tubulirte, irdene Krüge an (grösser als bei der Destillation der Salpeter- und Salzsäure in Cylindern), die durch krumme irdene Röhren untereinander verbunden sind; doch, wo man Sandsteinplatten in der Nähe haben kann, sind die Kasten vorzuziehen, weil sie nicht so leicht zerbrechlich als die Krüge, und auch bedeutend billiger zu stehen kommen. — Das salzsaure Gas, welches sich in der auf Eisenplatten ruhenden bleiernen Pfanne d im Raume B entwickelt, zieht durch zwei im Gewölbe eingesetzte irdene Röhren i i nach zwei Reihen von Sandsteinkasten (oder Krügen) k k, welche $\frac{1}{3}$ mit Wasser angefüllt sind.

Die bleierne Pfanne wird durch eine verschliessbare Oeffnung im Ofengewölbe, oder durch eine Thür, mit Salz besetzt, während gleichzeitig eine abgemessene Menge Schwefelsäure zu 52° B. durch ein bleiernes Rohr hinzugelassen wird. Ist nach einiger Zeit die Zersetzung des Salzes auf einen gewissen Punkt gediehen, die Masse teigig geworden, so wird eine eiserne Platte l, welche die Verbindung zwischen den Räumen A und B verschliesst, aufgezogen und mittelst einer mit langem Stiele versehenen Kelle die Masse aus der Pfanne d nach dem Calcinirofen A übergeschöpft, darauf die Platte wieder niedergelassen und mit Salz oberhalb gedichtet. Ist auf der Ofensohle in A die Masse, unter öfterem Umstechen und Wenden mit Krücken und Spateln von Eisen, so weit calcinirt, dass alle Säure ausgetrieben ist, so wird die Oeffnung m in der Sohle, welche während der Calcination verschlossen war, geöffnet, wodurch die glühende Masse in den Raum n unter den Ofen fällt, wo sich dieselbe abkühlt. Mit diesem Raume steht ein Kanal in Verbindung, durch welchen die sich noch entwickelnden sauren Dämpfe nach der Esse ziehen.

Digitized by Google

Mit den Krügen- oder Kastenreihen bringt man auch wohl, wie oben bemerkt ist, noch hohe aus Werkstücken aufgeführte oder aus Sandsteinplatten zusammengesetzte kastenförmige Condensatoren in Verbindung, theils um möglichst wenig Salzsäure zu verlieren, theils um die Vegetation in der Nähe der Anlage nicht zu zerstören.

In den Oefen mit zwei wirklich getrennten oder besonderen Arbeitsräumen, wird in einem derselben eine gusseiserne Pfanne oder ein Kessel von Gusseisen, je nach Bedürfniss von 4 bis 8′ im oberen Durchmesser eingemauert und, im letzteren Falle, besser unter einem Gewölbe als unter einer flachen Decke. Das Gefäss wird von unten geheitzt, und in der Mitte des Gewölbes ist ein irdenes Rohr eingesetzt, durch welches das salzsaure Gas in die irdenen oder sandsteinenen Vorlagen geleitet wird, die zur Absorption des Gases $\frac{1}{3}$ mit Wasser gefüllt sind. Sobald das Sulphat eine feuchte, bröckliche Masse bildet, wird es mit eisernen Krücken herausgezogen und in den andern Ofen geschafft, wo auf dessen Charmottesteinsohle die übrige Säure vollends ausgetrieben und durch ein Abzugsrohr nach den Condensatoren geführt wird.

In Fig. 62 und Fig. 63 sind solche Oefen gezeichnet.

Digitized by Google

Fig. 63.

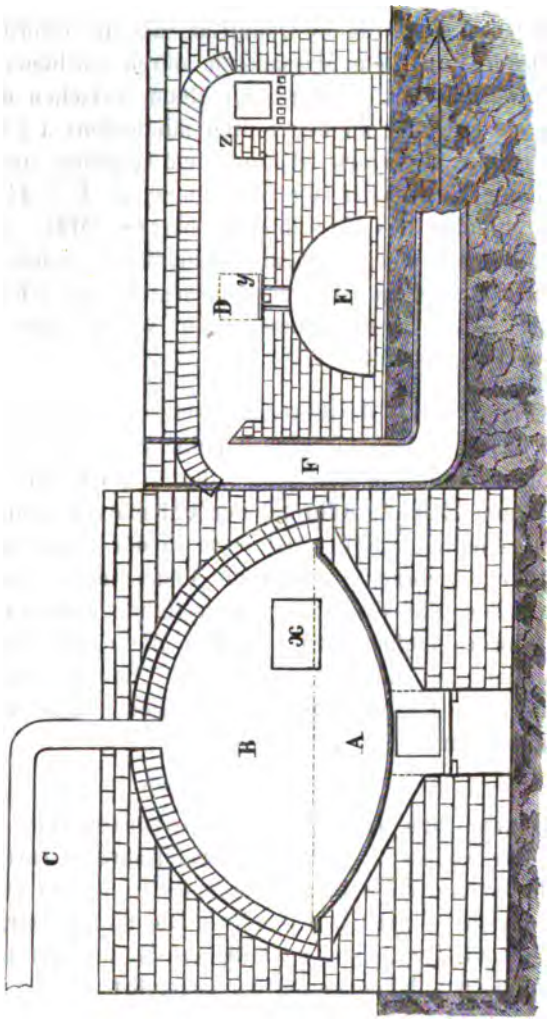


Fig. 62.

In Fig. 62 ist A der gusseiserne Kessel im senkrechten Durchschnitt; derselbe ist oben 8′ weit und im Mittelpunkte 18″ tief, bei x ist eine Thür im Mauerwerk angebracht, durch welche das Kochsalz eingetragen und die feuchte, bröckliche, halbfertige Glaubersalzmasse mit grossen eisernen Kellen ausgeschöpft oder mit eisernen Krücken herausgezogen wird; an der entgegengesetzten Seite ist im Mauerwerk ein Loch, welches mit einem Charmotte-

Digitized by Google

stein und Salz verschlossen ist und nur dann geöffnet wird, wenn auf eine frisch eingetragene Quantität Salz die erforderliche Menge Schwefelsäure, aus dem Messkasten, durch ein bleiernes Rohr eingelassen werden soll. — B ist der Raum zwischen der Oberfläche des Kessels (welcher an den Seiten mindestens $1\frac{1}{2}$ " und im Boden wenigstens $2\frac{1}{4}$" stark ist) und dem Gewölbe, und das letztere misst in der Mitte, über der Kesselhöhe, 3′ d. i. $4\frac{1}{2}$′ Lichtenhöhe vom Mittelpunkte des Kesselbodens bis zur Mitte des Gewölbes. Das Gewölbe ist, sowie dasjenige Mauerwerk, welches unmittelbar dem Feuer ausgesetzt ist, aus feuerfesten oder Charmottesteinen construirt. — C ist ein irdenes Rohr, welches das salzsaure Gas nach den Vorlagen führt.

In Fig. 63 ist D das Bett, auf welchem die aus dem Kessel A (in Fig. 62) gezogene feuchte Glaubersalzmasse calcinirt wird; y ist eine Oeffnung in der Sohle, durch welche die fertige Masse in den Raum E fällt; während der Calcination wird dieselbe verschlossen gehalten. Bei y ist vorn in der Umfassungsmauer die Arbeitsthür angebracht; z ist die Feuerbrücke und F der Zug, durch welchen die der Masse noch anhängende Säure nach den Condensatoren geführt wird. — Um die Säurevorlagen nicht zu hoch stellen zu müssen, bringt man den Feuerraum und den Aschenfall am besten unterhalb der Bodenfläche des luftigen Arbeitslokals an.

In einem, zum Theil, anders construirten Ofen wird die Zersetzung des Kochsalzes durch Schwefelsäure unmittelbar auf der dichtgemauerten Sohle vorgenommen und das erhaltene Glaubersalz daselbst zugleich calcinirt. Die nöthige strahlende Hitze wird der auf der Sohle befindlichen Masse aus einem andern, hart an diesen anlehnenden, Ofen zugeführt.

Die Oefen sind in nachstehender Fig. 64, unter A und B in senkrechtem Längendurchschnitt und in Fig. 65 ist A im Grundrisse dargestellt. A ist der Sulphat- und B der Heitzofen.

Digitized by Google

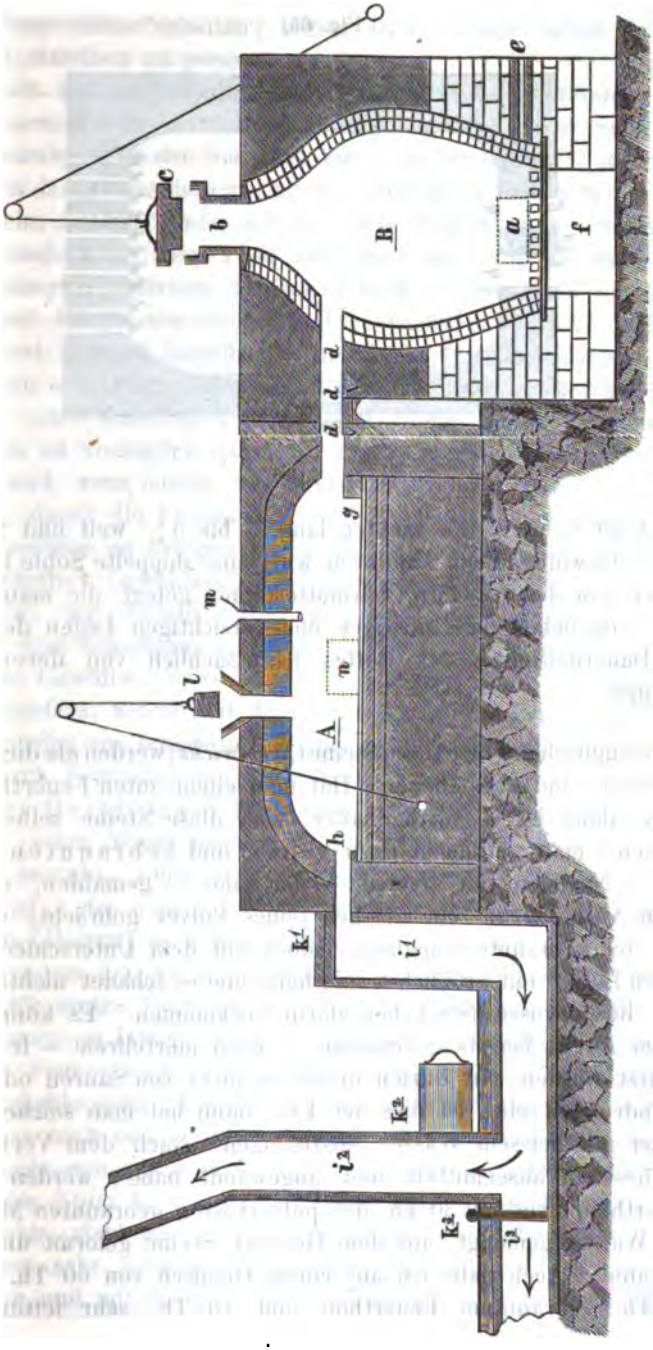
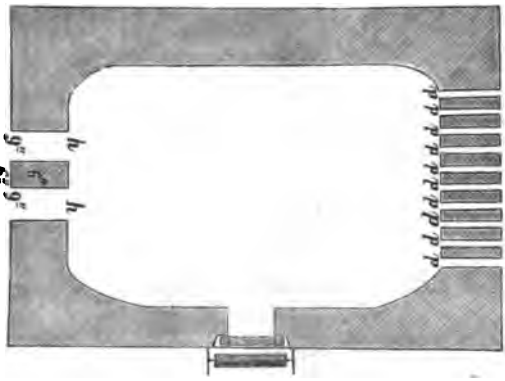


Fig. 64.

Digitized by Google

Fig. 65.



A ist 8 bis 9 ′ im Lichten lang, 5 bis 5 $\frac{3}{4}$ ′ weit und hat ein flaches Gewölbe. Beim Aufführen wird eine doppelte Sohle kreuzweise von den besten Charmottesteinen gelegt, die man haben kann, da neben dem richtigen und vorsichtigen Legen derselben die Dauerhaftigkeit des Bettes hauptsächlich von deren Güte abhängt.

Die englischen feuerfesten Steine (*fire-bricks*) werden als die besten geschätzt, sind aber theuer. Hat man einen guten Feuerthon zur Hand, dann ist es vortheilhafter, sich diese Steine selbst anzufertigen; man gebraucht dazu rohen und gebrannten Feuerthon. Nachdem der erstere — der rohe — gemahlen, wird er durch Absieben in ein ziemlich feines Pulver gebracht; so auch wird der gebrannte gemahlen, jedoch mit dem Unterschiede, dass dessen Pulver ein gröbliches sein muss und es schadet nichts, wenn halb-linsengrosse Stückchen darin vorkommen. Es können für diesen Zweck bereits gebrauchte — doch mörtelfreie — feuerfeste benutzt werden, nur dürfen dieselben nicht von Säuren oder Soda durchdrungen sein; ist dies der Fall, dann hat man solche Stücke vorher mit heissem Wasser auszulaugen. Nach dem Verhältniss, welches ich ausgemittelt und angewandt habe, werden 70 Th. Feuerthonpulver mit 30 Th. des pulverisirten gebrannten Materials mit Wasser gemengt, aus dem Gemisch Steine geformt und diese gebrannt. Auch habe ich aus einem Gemisch von 60 Th. rohem, 30 Th. gebranntem Feuerthon und 10 Th. sehr fettem Thon

Digitized by Google

vorzügliche Steine erhalten; besser ist's — unter allen Umständen — dieselben zu pressen.

Nach den angegebenen Verhältnissen habe ich Steine anfertigen lassen, die in der Sohle der Sulphat-, wie in der Sohle und den Feuerbrücken der Sodaöfen für $\frac{1}{3}$, ja oft sogar für die Hälfte der Zeit länger aushielten, als die englischen feuerfesten Steine.

Beim Aufbau eines solchen Ofens bringt man, wenn die Umfassungsmauer zum Theil aufgeführt ist, auf die dicht- und festgestampfte Unterlage 9 bis 12″ hoch ein Gemenge von 2 Th. einer aufs Feinste abgesiebten Steinkohlenasche und 1 Th. Schwerspathmehl, stampft dasselbe gleichfalls sehr fest, legt dann 2 bis 3 Schichten sehr hart gebrannter Backsteine und zuletzt die Charmotte- oder feuerfesten Steine auf. Beim Zusammenfügen der letzteren ist vorzüglich dahin zu sehen, dass sie dicht aneinander gelegt und, wenn nöthig, aneinander abgeschliffen oder abgerieben werden, damit die Fugen eng werden und man in dieselben nicht viel Feuerthon zu bringen nöthig hat; am besten ist's, ein höchstfeinzertheiltes (geschlämmtes) Pulver desselben mit Wasser anzurühren, mit diesem zarten Brei die Fugen einigemal zu vergiessen und demnächst flach zu streichen.

Das Gewölbe, sowie sämmtliche Theile dieses als auch die des Heitzofens, welche mit dem Feuer in direkte Verbindung kommen, werden aus feuerfesten Steinen gemacht und dieselben gleichfalls durch Feuerthon miteinander verbunden.

Der Heitzofen B hat inseits eine länglichrunde Form und ist mit einer Mauer umgeben, die unten aus behauenen Sandsteinen besteht, oben aber aus gutgebrannten Backsteinen gemacht ist; ein jeder der Oefen wird durch eiserne Bänder und Stangen (Bolzen) noch fester zusammengehalten.

Nachdem der Aufbau der Oefen beendigt ist, lässt man dieselben für einige Tage stehen, um sie durch die Luft vorläufig austrocknen zu lassen, dann macht man auf dem Roste a ein gelindes Feuer an, welches man durch eine nicht zu bitumenreiche Schwarzkohle etwa 24 Stunden lang unterhält und fängt nun an, die Hitze nach und nach zu steigern. Man gibt das Brennmaterial nicht mehr von unten nach, sondern speiset den Ofen von oben, durch den Sturz b, und wendet Cokes (auch wohl Anthracit oder Glanzkohle, nicht mit Vortheil aber bituminöse Schwarzkohle, weil diese zu sehr zusammenbackt) an. Der Sturz b ist aus Eisen gegossen und mit einem Schieber versehen, oder besser aus Char-

Digitized by Google

motteplatten zusammengesetzt, die man durch Verbolzen oder Anschrauben von zwei viereckigen gegossenen eisernen Rahmen fest zusammenhält; der Sturz wird nach jedesmaligem Eintragen von Cokes durch den Schieber oder, im letzteren Falle, durch einen aus gebrannter Charmottemasse gefertigten Stopfer c verschlossen. Beim Eintragen des Feuermaterials stellt man, ehe der Sturz geöffnet wird, das erforderliche Quantum in die unmittelbare Nähe des letzteren, verschliesst alsdann die 4 Zuglöcher e mit Charmottestöpseln, öffnet darauf den Sturz und trägt nun die Cokes so schnell ein, als es nur immer möglich ist, worauf man den Stopfer sogleich wieder niederlässt. Durch eine Reihe von 10 Schlitzen oder engen Kanälen d d d schlagen die brennenden Gasstrahlen bei der Brücke g in den Arbeitsraum des Ofens A ein, und von hier wird das gebildete salzsaure Gas durch die Züge h h mit fortgerissen und in dem Kanale i^1, i^2 den Condensatoren zugeführt. Bei l ist in dem Gewölbe eine quadratische Oeffnung angebracht mit einem aus Charmotteplatten gefertigten rumpfartigen Fortsatze, zum Beschicken des Ofens mit Salz, und bei m eine 2 zöllige Oeffnung zur Aufnahme eines gusseisernen Trichters, durch welchen die erforderliche Menge Schwefelsäure in den Ofen gelassen wird. Bei n ist das mit einer gusseisernen Stulpe verschliessbare Arbeitsloch, und vor demselben eine Rolle o zum Auflegen der Krücken und breiten Spatel beim Durcharbeiten der Masse.

Ein solcher Spatel ist vorn etwa 4 bis $4\frac{1}{2}$″ breit und 20 bis 24″ lang, und an eine $1\frac{1}{4}$″ starke von 8′ 10″ bis 10′ lange runde Eisenstange angeschweisst, so dass der ganze Spatel eine Länge von $10\frac{1}{2}$ bis 12′ misst; von einer gleichen Länge sind die Krücken, deren Blätter man am besten von Eisen, mit einem Loche versehen, giessen lässt, um durch dieses die eiserne Stange vernieten zu lassen. Bei k^1 ist ein Schieber oder Dämpfer, um, wenn nöthig, den Zug zu hemmen; bei k^2 und k^3 sind ebenfalls Dämpfer angebracht. Tritt der Fall ein, den Zug i^1, i^2 nach den Condensatoren absperren zu müssen, so wird der Dämpfer k^3 in die Höhe gezogen und k^2 in den Kanal geschoben, wodurch in dem Kanale i^3 die Gase unter der Erde der grossen Esse zugeführt werden.

Sobald die Hitze in dem Ofen bis zur schwachen Rothgluht gesteigert ist, bringt man von 50 bis 100 Pf. säurefreies Sulphat aus früheren Operationen und einige Pfunde höchstfeingepulverten

Digitized by Google

Feuerthon durch l in den Ofen A, und sucht während des Schmelzens des Salzes das Gemenge nach allen Richtungen hin auf der Sohle zu vertheilen; hiedurch soll bezweckt werden, etwaige kleine Oeffnungen und Risse in den engen Fugen mit dem Gemenge auszufüllen.

Durch Erfahrung belehrt, dass ein solches Bett bei der Zersetzung des Kochsalzes durch Schwefelsäure schon während einer Zeit von 3 bis 4 Monaten mehr oder weniger angegriffen wurde, fand man eine andere aus denselben Materialien gefertigte Sohle nach 5 bis 6 Monaten bei weitem besser erhalten, wenn man dem Säure - und Kochsalzgemisch eine Portion des in eisernen Cylindern erhaltenen doppelt-schwefelsauren Natrons beifügte und mit durcharbeitete; dieses Salz wird grob gemahlen oder gepocht angewandt, und würde es arbeit - und zeitraubend sein, dasselbe vorher erst in ein gleichförmiges grobes Pulver verwandeln zu wollen.

Die Schwefelsäure anlangend, so ist es nicht vortheilhaft dieselbe zu 60 bis 62° einzudampfen, wie bei Verwendung derselben in Cylindern und gläsernen Retorten, sondern man gebraucht dazu besser eine wasserhaltigere Säure, Kammersäure von 54° bis 52°, bis abwärts zu 48° B., und leitet dieselbe von der Bleikammer aus durch Röhren in ein mit Blei ausgelegtes hölzernes Reservoir, welches man in der Nähe der Sulphatöfen, höher als dieselben. aufgerichtet hat. Neben dem Reservoir hat man gleichzeitig eine kleinere mit Blei ausgelegte Kiste (den Messkasten) aufgestellt, dessen kubischen Inhalt — etwa 8 bis 10 Kubikfuss — man genau kennt; von hier aus leitet man mittelst eines bleiernen Rohres oder in einer mit Blei ausgelegten hölzernen Rinne so viel Zolle durch den gusseisernen Trichter m in den Ofen auf das Kochsalz ein, als man Säure nach Pfunden gebraucht.

Eine Hauptsache bei diesen durch die Kanäle d d d miteinander verbundenen beiden Oefen ist, dass die von B kommenden heissen Gase brennend in den Ofen A eintreten. Strömen keine bläulichen Strahlen in A ein — welcher Fall mitunter eintritt und vorzüglich dann, wenn beim Eintragen von Kohlen vernachlässigt wurde den Sturz rasch wieder zu schliessen — so hat man die vier Kanäle oder Zuglöcher e rasch zu öffnen, um mehr Luft in B eintreten zu lassen, den zwischen beiden Oefen bei v—v befindlichen Schieber vorzuziehen, durch einige in den Kanälen d d d angebrachte kleine Oeffnungen ebenfalls Luft ein-

Digitized by Google

zuführen und die durchströmenden Gase von unten durch einen brennenden Holzspahn oder einen brennenden Papierstreifen zu entzünden. Wenn die Gase wieder im vollen Brande, schiebt man den Schieber v—v wieder ein, verschliesst ebenfalls die Zuglöcher bei e, um sie nur dann zu öffnen, wenn die in A brennenden Gase keine starken Strahlen mehr bilden.

Bei Beschickung des Ofens A werden 500 Pf. Kochsalz und 200 Pf. Cylinder-Glaubersalz in mehrere kleine Holzkasten abgewogen und durch den Rumpf l in den Ofen geschüttet, worauf man den Charmottestopfer in die Oeffnung l einsetzt und den Rumpf zum besseren Verschluss mit Kochsalz anfüllt; zu gleicher Zeit lässt man auch die nöthige Menge Schwefelsäure einlaufen, welche bei einer Stärke von 50° B. 132 ¾ Pf. für die 100 Pfund Kochsalz beträgt, mithin für 500 Pfund Salz in gerader Zahl an Säure 664 Pfund.

100 Pfund Kochsalz erfordern:

145¼	Pf.	Kammersäure	zu	48° B.;	— der K.-Fuss wiegt 93½ Pf.
139	„	„	„	49°;	
132¾	„	„	„	50°;	
128	„	„	„	51°;	
125¼	„	„	„	52°;	
122½	„	„	„	53°;	
118¾	„	„	„	54°;	— der Kubik-Fuss = 99¾ Pf.

Die Entwickelung des salzsauren Gases geht lebhaft vor sich und muss man, von dem Arbeitsloch aus Salz und Säure mit der Krücke gut zu vereinigen streben, worauf das Loch mit der Stulpe wieder verschlossen wird. Von Zeit zu Zeit krückt man die Masse durch und wendet sie mit dem Rühreisen, um Alles gut gemischt zu erhalten und zu verhüten, dass dieselbe zu fest an dem Boden hafte. Nach 1½ bis 2 Stunden hat die Gasentwickelung, wenn auch nicht gänzlich aufgehört, doch bedeutend nachgelassen und von jetzt ab muss die Masse unaufhörlich mit der auf die Rolle gelegten Krücke und abwechselnd mit dem Rühreisen so lange durchgearbeitet werden, bis die letzten Antheile von Säure und Feuchtigkeit verjagt worden sind. Unterlässt man zeitgemäss das gehörige Durchkrücken und Umwenden der Masse, so kommt sie in dem heissen Ofen sehr leicht und

Digitized by Google

überall in Fluss und ist es alsdann überaus mühsam, dieselbe aus dem Ofen herauszuziehen, was im andereu Falle nicht im Mindesten mit Schwierigkeiten verbunden ist.

Sowie der Ofen entleert ist, wird derselbe wieder mit denselben Quantitäten Salz und Säure besetzt, und ebenso wie vorhin verfahren. Die aus dem Ofen gezogene Masse bildet kleinere und grössere Salzklumpen, welche locker sind und sich leicht zerbrechen lassen; sie wird zur Seite geschaufelt und nach dem Erkalten in eisernen Schubkarren in die Nähe der Sodaöfen gefahren.

Man erhält von 500 Pf. Kochsalz, 200 Pf. Cylinder-Glaubersalz und 664 Pf. Schwefelsäure zu 50 ° B. im Mittel 830 Pfund trockenes Glaubersalz und, da in 24 Stunden mindestens sieben Operationen (*charge's*) gemacht werden können, so beträgt dies für jeden Sulphatofen 5,810 Pf. per Tag.

Wenn man Kochsalz für sich — ohne Zusatz des Glaubersalzes aus Cylindern — verarbeitet, dann werden für jeden Einsatz (*charge*) 700 Pf. Salz und 930 Pf. Säure zu 50° B. genommen, und man erhält im Durchschnitt 875 Pfund trockenes Glaubersalz.

Berechnung.

3,500 Pfund Kochsalz,
1,400 „ Cylinder-Glaubersalz,
4,650 „ Schwefelsäure zu 50° B. = 1,530 sp. G.,
$\frac{1}{4}$ Tag Arbeitslohn für das Mahlen des Cylindersalzes etc.,
4 Arbeitslöhne bei dem Ofen per Tag und Nacht,
2,400 Pfund Coke's.

Erhalten 5,810 Pfund trocknes Glaubersalz (*Salt-cake*).

Ich habe in sämmtlichen, in den Figuren 59 bis 65, gezeichneten Oefen Glaubersalz in bedeutenden Quantitäten für Sodabereitung anfertigen lassen und, wenn man stets Coke's haben oder vielmehr dieselben sich selbst brennen und ebenfalls gute feuerfeste Steine selbst machen kann, dann ist ohne Zweifel der unter Fig. 64 und 65 beschriebene Ofen der zweckmässigste.

Digitized by Google

Kohlensaures Natron.

$Na\ O, CO_2$.

(Mineralalkali, Soda, Luftsaures oder mildes Mineralalkali, Sodasalz, Mildes Natron; Natrium oxydatum carbonicum, Natrum carbonicum, N. subcarbonicum, Sal sodae, Alkali minerale, Alkali minerale mite, Alkali minerale aëratum; Carbonate de soude; Carbonate of soda.)

Wie allgemein bekannt, wird zur Gewinnung des kohlensauren Natrons ein Gemenge von wasserleerem Glaubersalz, gemahlenem kohlensaurem Kalk nnd Kohlenpulver eine gewisse Zeit hindurch der mässigstarken Hitze eines Flammofens ausgesetzt. Man bearbeitet solche Gemenge in Flammöfen (Reverberiröfen) mit nur einem Heerde, als auch, und zwar in späterer Zeit, in solchen mit 2 bis 3 Heerden oder Betten.

Der Kalkstein, welchen man anwendet, muss frei, wenigstens so frei als möglich von Kiesel- und Thonerde sein; derselbe wird in einer Stampfmühle oder besser in einer Zermalmungs- oder Quetsch-Maschine (*Crushing-machine*) zerkleinert. Es ist nicht nöthig, den Kalkstein in ein feines Pulver zu verwandeln, sondern derselbe kann ebensowohl grobgepulvert verwendet werden und es schadet nichts, wenn unter dem Pulver grössere, selbst wallnussgrosse, Stücke sich befinden; sie werden sich beim Durcharbeiten der Masse im heissen Ofen vollkommen zertheilen und zersetzen.

Was den Kohlenzuschlag anbelangt, so ist Holzkohle jedenfalls besser als Steinkohle, weil sie reiner ist; da aber die erstere zu theuer kommen würde, kann man ebensowohl letztere gebrauchen. Man verwendet mit Vortheil jenen Abfall, den man erhält, wenn die Kohle mittelst einer Hohlschaufel gegen ein schrägaufgerichtetes hölzernes Sieb geworfen wird, in welchem Zustande die durch das Sieb gefallene feinere Kohle eine Art sehr groben Pulvers bildet (Kohlenklein; *Coal-dust*).

Nachstehende Zeichnungen stellen Sodaöfen im senkrechten Längendurchschnitte und im Grundrisse dar, wie solche zu verschiedenen Zeiten von mir benutzt worden sind.

Digitized by Google

Fig. 67.

Fig. 66.

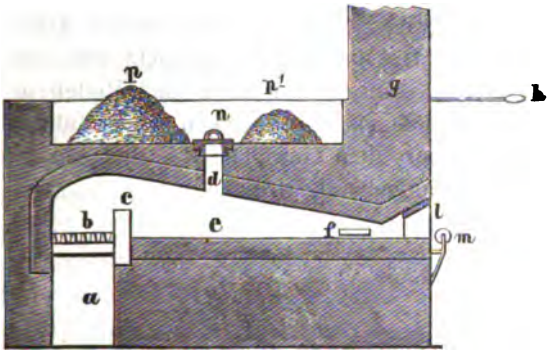


Fig. 68.

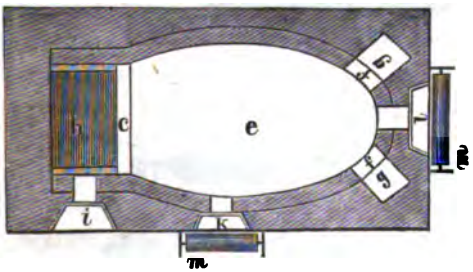


Fig. 69.

Fig. 66 ist ein Sodaofen im senkrechten Längendurchschnitt, und Fig. 68 stellt denselben im Grundrisse dar.

a ist der Aschenfall, b der Rost, c die Feuerbrücke, d Oeffnung im Gewölbe zum Beschicken desselben mit dem Gemenge p p; e ist das Bett oder die Sohle; f f die Füchse, welche zu zwei Rauchröhren g g führen; diese vereinigen sich oben in eine Esse, oder sie leiten den Rauch durch den Fortsatz o (Fig. 67) in einen in der Nähe stehenden gemeinschaftlichen Schornstein oder Esse; h ist der Schieber zur Regulirung des Zuges, i die Heitzthür, k und l die Arbeitslöcher, welche mit einem gusseisernen Rahmen ausgefuttert sind und durch gusseiserne Stulpen C (Fig. 69)

Digitized by Google

verschlossen werden. a in C ist die Stulpe von Oben und b in C von der Seite gesehen; man gibt dieser Stulpe entweder eine angegossene eiserne Dille c, welche oben 2″ im Lichten weit ist und nach unten bis $\frac{3}{4}$″ verjüngt zuläuft oder, statt dieser, in der Mitte einfach ein rundes Loch, welches mit einem gebrannten Thonstöpsel oder mit einer kurzen Eisenstange verschlossen wird; das Loch oder die Dille dienen zum Herausnehmen der Stulpe; dieselbe ist $\frac{3}{8}$″ stark von Eisen gegossen. Vor diesen Arbeitslöchern, durch welche die Masse im Ofen umgekrückt und, wenn fertig, aus einem derselben herausgezogen wird, sind Rollen m m angebracht, welche zum Auflegen der Krücken und Rühreisen dienen; n ist der Raum über dem Gewölbe, wo die Mischung zu der nächsten Operation aufgehäuft wird.

Fig. 70.

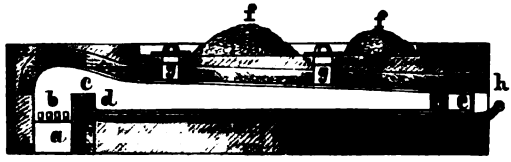


Fig. 71.

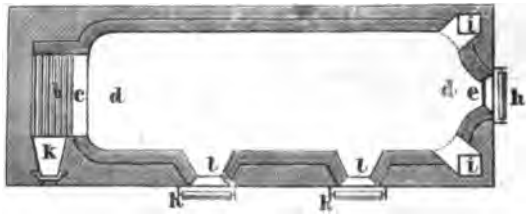


Fig. 70 ist ein anders construirter Sodaofen, welcher in späteren Jahren von mir benutzt worden ist; Fig. 70 ist der Längendurchschnitt und Fig. 71 der Grundriss desselben. — a der Aschenfall, b der Rost, c die Feuerbrücke, d d der Herd oder die Sohle, e die Oeffnung zum Herausziehen der fertigen Soda, f f sind zwei Haufen des Gemenges, mit welchem der Ofen durch die Oeffnungen g g besetzt wird. h h h sind die eisernen Rollen zum Auflegen der Krücken beim Durcharbeiten der Masse; i i die

Digitized by Google

Füchse, welche den Rauch durch einen unterirdischen gemauerten Kanal in den gemeinschaftlichen Schornstein (Esse) der Fabrik führen. Die Schieber mittelst welcher man den Zug regulirt, senkt man hart an der Seite des Ofens in den Kanal, sie sind aus Eisen gegossen oder besser aus Charmottemasse gefertigt; k ist die Heitzthür und l l sind die Arbeitslöcher, um die Masse auf dem Herde durchzuarbeiten. Die Oeffnungen e und l l werden mit gusseisernen Stulpen von 12 bis 15″ im Quadrat verschlossen; dieselben sind unter Fig. 66 beschrieben worden. Die Krücken und Spatel, derer man sich beim Umrühren und Durcharbeiten der Sodamasse bedient, sind dieselben, wie man sie beim Arbeiten im Sulphatofen benutzt, nur sind diese um einige Fuss länger.

Bei dem Aufbau eines neuen Sodaofens hat man ebenfalls Sorge zu tragen, die besten feuerfesten Steine zu der Sohle und zu der Feuerbrücke zu verwenden, welche man bekommen kann, und dieselben beim Legen aneinander abzureiben und mit einem dünnen Brei von gepulvertem Feuerthon zu vergiessen, wie bei dem Artikel »Glaubersalz« angegeben worden ist. Auch hat man die Sodaöfen, wie Sulphat- und mehrere andere derartige Oefen, bei deren Errichtung durch aufrechtstehende 2 bis $2\frac{1}{2}$″ breite Eisenstangen und zölliges Rundeisen, welches der Länge und der Breite nach durch den Ofen geschoben wird, zu verankern oder zu verschrauben. Man wendet in der Regel gusseiserne Schieber zur Regulirung des Zuges an, allein diese haben, wenn sie nicht sehr stark gegossen sind, das Unangenehme, dass sie durch die starke Hitze krumm werden, und sich dann nicht mehr in dem Schlitz auf und nieder ziehen lassen. Man thut desshalb besser, derartige Schieber $4\frac{1}{2}$ bis 6″ stark aus Charmottemasse anzufertigen und gut zu brennen. Ich habe mehrmals versucht, gusseiserne Kasten und auch gusseiserne Rahmen mit gewöhnlich geformten feuerfesten Steinen auszufuttern und durch Feuerthon dieselben zu verbinden, um diese als Schieber oder Dämpfer zu benutzen, allein sie haben sich nicht als zweckmässig bestätigt und ich habe gefunden, dass Dämpfer in einem Stück aus Charmottemasse, und ohne Anwendung von Eisen gefertigt, die besten sind. Die Oeffnungen im Gewölbe des Ofens zum Eintragen des Gemenges sind 8″ weit und werden durch Charmottestopfer oder durch Stulpen von Gusseisen geschlossen. Sobald der Ofen so weit aufgebaut ist, dass man das Gewölbe ziehen will, kann man

Digitized by Google

statt der in der Regel angewandten hölzernen Schablone, den Raum über Rost, Feuerbrücke und der Heerdsohle mit Erde auffüllen und feststampfen, und dem dichten Erdhaufen oben diejenige Form geben, welche das Gewölbe haben soll; und, wenn der Ofen vollends aufgeführt ist und einige Tage gestanden hat, zieht man die Erde mit der Krücke heraus und was man nicht so herausbringen kann, hat ein Knabe zu besorgen, der in den Ofen hineinkriecht und mit der Maurerkelle und Handschaufel denselben vollständig reinigt. Man lässt den Ofen mehrere Tage stehen und sämmtliche Oeffnungen offen, damit die Luft durchstreiche, und gibt alsdann ein gelindes Feuer, welches nach und nach verstärkt wird. In einem Ofen von 40 bis 46 Quadratfuss Heerdfläche können sehr gut 1,050 bis 1,200 Pf, eines Gemenges von wasserleerem Glaubersalz, zerstampftem Kalkstein und Kohle verarbeitet werden; die Form des Betts oder Herdes anlangend, so ziehe ich eine länglich viereckige mit abgerundeten Ecken jener ovalen vor, die früher allgemein in Gebrauch war.

Nachdem die Hitze im Ofen zur schwachen Rothgluht gesteigert ist, vermengt man 400 Pf. gröblich-gemahlenes, wasserleeres Glaubersalz (Ofensulphat), 460 Pf. zerstampften (gemahlenen) kohlensauren Kalk und von 190 bis 200 Pf. Kohlenklein, je nach der Qualität desselben mit Schaufel und Ziehhacke in einem von 15 bis 18 " hohen, grossen hölzernen Kasten sorgfältig miteinander, trägt das Gemenge durch die im Gewölbe des Ofens befindliche Oeffnung ein, verschliesst dieselbe mit dem Charmottestopfer oder mit der eisernen Stulpe und hat nun dafür zu sorgen, dass von einer der Arbeitsöffnungen aus mit einer auf die Rolle gelegten eisernen Krücke oder Rechen die Masse auf dem Herde gehörig ausgebreitet werde. Man verschliesst dann das Arbeitsloch sorgfältig mit der Stulpe, unterhält ein mässiges Glühfeuer und beobachtet von Zeit zu Zeit die Masse auf dem Herde durch das Oeffnen des in der Mitte der gusseisernen Einsatzthür (Stulpe) befindlichen Loches. Wenn die Masse auf der Oberfläche zu schmelzen beginnt, wird langsam und vorsichtig um- und durchgekrückt, damit von den untenliegenden noch pulverigen Theilen durch den Luftzug nichts fortgerissen werde, worauf man den Ofen wieder verschliesst Sobald die Schmelzung wieder beginnt, gibt man der Masse durch vorsichtiges Umkrücken abermals eine neue Oberfläche, und wiederholt dies bis die Masse durch und durch teigartig geworden, und sich Kohlen-

Digitized by Google

oxydgas in langen bläulich-weissen Flämmchen reichlich aus derselben entwickelt. Von jetzt ab hat man die Masse ununterbrochen mit der Krücke durchzuarbeiten, um die Operation zu beendigen, weil im Gegentheil zu befürchten steht, dass nicht Alles gleichzeitig zersetzt werde, auch zu viel Soda sich verflüchtigen würde; gleichzeitig hat man dahin zu sehen, dass nichts in den Ecken des Ofens liegen bleibe. Wenn die Masse nun im ruhigen und gleichmässigen Fluss sich befindet, wird sie mit der Krücke aus dem Ofen in einen zweiräderigen Schubkarren gezogen, den man vor eine der Oeffnungen, gemeiniglich vor die hintere, dem Roste gegenüber, geschoben hatte.

Das fertige Ofenprodukt, die rohe Soda (Ball soda, Crude Soda, Black ash; Soude artificielle brute) lässt man in dem Schubkarren so schnell als möglich erkalten; wenn erkaltet, zieht man einen am Hintertheil des Karrens eingeschobenen Schieber heraus und lässt den Kuchen auf einen trockenen Platz herausrutschen. Der Ofen wird, sowie er entleert worden, sofort mit einem gleichen Gemisch von Sulphat, Kalk und Kohle wieder besetzt und wie vorhin verfahren. Man hält stets eine fertige Mischung auf der Decke des Ofens vorräthig, um sie, gleich nach Entleerung desselben, durch die Oeffnung im Gewölbe hineinzuschaufeln.

Die Sodakuchen, welche aus obigem Gemenge von 1060 Pf. hervorgehen, wiegen pr. Stück von 634 bis 660, im Durchschnitt 645 Pfund, zeigen zwischen 36 bis 44 Alkalimetergrade (im Mittel 40°) und ein solcher Kuchen enthält 293 Th. Soda von 89,5 %, d. i. 65,7 × 4 oder 262,8 Th. wasserfreies kohlensaures Natron. Der Theorie nach müsste man von 100 Th. reinem wasserfreiem Glaubersalz (74,8 Th.) nahe 75 Th. reines wasserfreies kohlensaures Natron erhalten, d. i. für den Kuchen, bei Anwendung von 400 Pf. wasserleerem Glaubersalz (299,2 Th.) nahe 300 Th. wasserleeres kohlensaures Natron. Da das Glaubersalz, welches zur Bereitung der Soda verwendet wird, indess niemals als ein reines zu betrachten ist, und, da stets etwas der gebildeten Soda (d. i. des kohlensauren Natrons) sich beim Auslaugen der Kuchen wieder zersetzt, so erhält man nie mehr vom Kuchen als zwischen 240 bis 257 Th. wasserfreies kohlensaures Salz, d. i. von 60 bis 64 ¼ Th. für die 100 Pfund Glaubersalz. Es werden innerhalb 24 Stunden 12 bis 14 Kuchen angefertigt, durchschnittlich 13 Kuchen, d. i. zwischen 7,770 bis 8,420 Pf. rohe Soda.

Digitized by Google

Bei dem Artikel »Aetznatron« ist gesagt worden, dass man den bei Bereitung desselben als Nebenprodukt gewonnenen kohlensauren Kalk — als solchen — im Sodaofen benutzen könne. Die ganze erforderliche Kalkmenge durch denselben ersetzen zu wollen, ist nicht rathsam, einmal, weil wegen seines grösseren Volumens der Ofen zu sehr damit angefüllt, und dann, weil — trocken — ein sehr feines Pulver bildend, derselbe durch den im Ofen stattfindenden starken Zug theilweise durch die Füchse mit fortgerissen werden würde. Wenn man ein Gemenge von 400 Pf. Glaubersalz, 440 Pf. dieses kohlensauren Kalkniederschlags und 236 Pf. Kohlenklein im Ofen behandelte, erhielt man einen 621 bis 627 Pf. schweren Kuchen, 44 bis 45 Alkalimetergrade zeigend und jederzeit eine vollkommen ungefärbte Auflösung gebend, die jedoch mehr Kieselerde enthielt, als eine solche bei alleiniger Anwendung von Kalkstein. Als Verhältniss, in welchem ich diesen Kalkniederschlag dem Ofeneinsatze als Zuschlag beigab, schien mir stets das das beste, wenn 250 Pf. desselben mit 225 Pf. gemahlenem Kalkstein, 400 Pf. Sulphat und 225 Pf. Kohlenklein gut gemengt wurden. Es ist dies allerdings etwas mehr kohlensaurer Kalk als nöthig, allein man hat zu berücksichtigen, dass bei dem sorgfältigsten Umkrücken immer etwas des staubigen Carbonats durch die Züge mit fortgerissen wird. Das calcinirte kohlensaure Natron *(Soda ash)*, welches man aus der Lauge der so bereiteten Rohsoda erhält, wird, wie oben gesagt, stets mehr Kieselerde enthalten, als dasjenige, bei dessen Bereitung Kalkstein allein gebraucht wurde, vorausgesetzt, derselbe enthält selbst nicht zu viel Sand und Thon. Zur Verwendung für die Bereitung von Aetznatron schadet das weniger, da beim Entkohlensäuern der rohen Sodalauge meist alle Kieselerde durch den Aetzkalk wieder niedergeschlagen wird. — Kann man aber diesen kohlensauren Kalkniederschlag für andere Zwecke als zur Bereitung von Bicarbonaten u. dgl. benutzen, oder als Mergel oder Dünger verkaufen, so ist das immerhin das Beste.

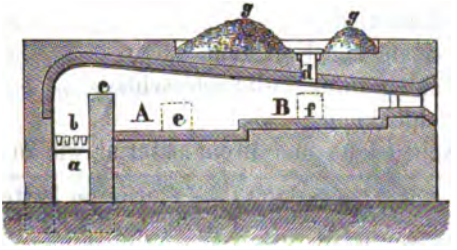
Den Sodaofen mit doppeltem Herde anlangend, so gibt man jedem einzelnen Herde desselben geringere Dimensionen, als der Herd in den anderen Oefen hat.

In der nachstehenden Fig. 72 hat A 33 bis 34 Quadratfuss Herdfläche und das Bett B eine Fläche von 36 bis 38 Quadratfuss; über B ist im Gewölbe die Oeffnung d, durch welche, wie bei den

Digitized by Google

anderen Oefen, das Gemenge eingetragen wird, a ist der Aschenfall, b der Rost, c die Feuerbrücke, e und f sind die Arbeitslöcher, welche, wie in Fig. 66 und 67 durch Stulpen oder Einsatzthüren verschlossen werden, doch nur vor e ist eine Rolle als Auflager der Krücke angebracht. Das Bett B unterscheidet sich, ausser seiner etwas grösseren Quadratfläche, nur dadurch noch von A, dass es um einen feuerfesten Stein höher liegt als jenes.

Fig. 72.



Das Bett B wird durch die Oeffnung d mit dem auf dem Ofen in zwei Haufen liegenden Gemenge besetzt und, wenn dasselbe anfängt weich zu werden, zieht man es mit Krücken auf den Herd A ein, um es daselbst, wie oben beschrieben, in rohe Soda zu verwandeln. Sowie B entleert worden ist, trägt man gleich durch d eine neue Mischung ein. Das Gemenge besteht aus 327 Pf. wasserleerem Glaubersalz, 376 Pf. gemahlenem Kalkstein und 163 Pf. Kohlenklein. Von diesen 866 Pf. erhält man zwischen 519 bis 539 Pf., im Durchschnitt 527 Pf. rohe Soda.

Berechnungen:

A.

4,800 Pfund Glaubersalz (wasserleeres),
5,520 „ Kalkstein,
2,400 „ Kohlenklein,
4 Tagelohn für 4 Mann für 24 Stunden, 2 Mann pr. Tag und 2 Mann pr. Nacht,
5,600 Pf. (70 Buschel) bituminöse Schwarzkohle, zur Feuerung.

Erhalten 12 Kuchen zu 7,770 Pf. - Stärke im Mittel 40 Alkalimeter-Grade.

Digitized by Google

B.

4,800 Pfund Glaubersalz,
3,000 „ kohlensaurer Kalkniederschlag, vom Aetznatron,
2,700 „ gemahlener Kalkstein,
2,700 „ Kohlenklein,
Arbeitslohn und Brennmaterial wie in A.

Erhalten 12 Kuchen zu 8,090 Pf. — Stärke im Mittel 39¼ Grad.

C.

4,896 Pfund Glaubersalz,
2,760 „ gemahlener Kalkstein,
3,120 „ kohlensaurer Kalkniederschlag,
2,280 „ Kohlenklein,
Arbeitslohn und Brennmaterial wie in A. und B.

Erhalten 12 Kuchen zu 8,040 Pf. — Stärke im Mittel 39 bis 40 Gr.

D.

2,640 Pfund Glaubersalz,
2,880 „ Kalkstein,
1,278 „ Kohlenklein,
4 Mltr. Eichen-Scheitholz } Brennmaterial.
1,620 Pf. (= 4 Tonnen Pr.) }
Arbeitslohn 1 Thlr. Pr. (oder 70 Cents Amerikan).

Erhalten 6 Kuchen oder 4,290 Pf. — Stärke von 37 bis 40 Grad.

E.

625 Pfund Glaubersalz,
700 „ Kalkstein,
312 „ Kohlenklein,
Arbeitslohn ¼ Tag für 2 Mann,
$\frac{1}{8}$ Klafter Kiefernscheitholz (Brennmaterial).

Erhalten 1 Kuchen, 976 bis 995 Pfund schwer. im Durchschnitt von 200 Kuchen pr. Kuchen 982 Pfund. — Stärke zwischen 37 und 39 Grad.

Digitized by Google

Die rohe Soda enthält kohlensaures und ätzendes Natron, eine Verbindung von Schwefelcalcium mit Aetzkalk. Kohle, schwefelsaures, schwefligsaures und unterschwefligsaures Natron, Schwefelnatrium, Schwefeleisen (unzersetztes Kochsalz, Magnesia, Kieselerde, Thonerde).

Um die rohe Soda — eine graue, feste, ins Röthliche scheinende Masse bildend — auszulaugen, wird sie vorher gröblich zerkleinert. Dies geschieht auf zweifache Weise; einmal, dass, nachdem sie in Stücke zerschlagen ist, man dieselbe unter, auf der Hochkante laufenden, Mühlsteinen oder in der oben erwähnten Quetsch- oder Zermalmungs-Maschine in kleinere Theile zerbricht. Oder man besprengt die in Stücke zerschlagene rohe Soda mit Wasser und lässt sie in einem mässig heissen Ofen zerfallen.

Zum Auslaugen der Soda bedient man sich grosser eiserner Kasten, die entweder ein jeder aus einem Stück gegossen, oder besser aus vier gegossenen Seiten- und einer Bodenplatte zusammengesetzt, d. i. zusammengeschroben werden. Diese Auslaugegefässe (Laugekübel, *Leaching boxe's*) sind 5 bis 6′ lang, $2\frac{1}{4}$ bis 3 bis $3\frac{1}{4}$′ weit und $2\frac{1}{2}$ bis 3′ hoch, haben 4 bis $4\frac{1}{2}$″ über dem Boden gegossene eiserne Knaggen, auf denen sogenannte falsche Böden ruhen; die aus mehreren gefalzten, perforirten Platten zusammengesetzt sind. In der Mitte einer der Längenseiten des Kübels ist dicht über dem Unterboden ein Loch eingebohrt oder zapfenförmig angegossen, bestimmt zur Aufnahme eines eisernen (ventilirten) Hahnes (*Molassesgate, Stopcock*), um die Lauge abfliessen zu lassen. Solcher Kübel hat man, je nach Bedarf, 12 bis 24 Stück und mehr; dieselben werden in zwei oder drei Reihen terrassenförmig aufgestellt. Höher als die obere Kübelreihe ist ein grosser Bottich aufgestellt, in welchem sich Wasser befindet, das mittelst Dampf auf eine Temperatur von 36 bis höchstens 40° C. (97 bis 104° F.) gebracht, den oberen Kübeln zum Auslaugen der Soda zugeführt wird.

Ehe man Soda in die Laugenkübel bringt, thut man wohl, auf den falschen Böden poröse, nicht zu kleine Cokestücke 2 bis $2\frac{1}{2}$″ hoch auszubreiten, damit durch den nach und nach sich erzeugenden Schlamm die Löcher der Böden nicht sobald verstopft werden.

Digitized by Google

Von dem Wasserbottich geht abwärts ein Rohr, welches in ein anderes der ganzen oberen Kübelreihe entlang laufendes führt; in dieses lange Rohr ist für jeden Kübel ein gut verschliessbarer Hahn angeschraubt, so dass mittelst desselben die nöthige Menge Wasser in den ersteren eingelassen werden kann.

Je zwei der Auslaugegefässe der untersten Reihe werden mit der aufgebrochenen, während 24 Stunden in einem Ofen geförderten Rohsoda gefüllt, so dass jedes Gefäss 6 bis 6 ½ Kuchen erhält. Die Kübel haben hier eine Länge von 6′, sind 3′ hoch, von 2 ½ bis 2 ¾′ weit und stehen wagerecht auf einer 4 bis 6″ hohen, starken Holzunterlage. Man lässt von dem zu 36 bis 40° C. erwärmten Wasser aus dem Bottich (beim Anfang) zuerst in den zunächststehenden oberen Kübel und von da durch dessen Hahn in einer vorgelegten Rinne herablaufen; und, damit sich das Wasser auf der möglichst geebneten Oberfläche der Soda um so besser verbreite, befestigt man unter der Rinne ein Brett von verhältnissmässiger Länge und Breite. Sind beide Kübel, was zu gleicher Zeit geschieht, mit Wasser gefüllt, dann überlässt man die Soda der Einwirkung des Wassers für einige Zeit und prüft alsdann die Lauge, von welcher man durch den unterhalb des perforirten Bodens befindlichen Hahn eine Probe ablässt, auf ihre Stärke. Zeigt dieselbe 15° B. dann ist sie siedewürdig, oftmals steigt die Stärke auch auf 20° und darüber. Bei dieser Grädigkeit öffnet man den Hahn, doch nicht ganz, sondern etwa nur zu ⅝ bis ¾ seiner Weite, und leitet die Lauge in einer eisernen oder in einer mit Blei ausgelegten hölzernen Rinnenfahrt, die neben den Böden der ganzen unteren Kübelreihe entlang läuft, in einen in die Erde versenkten Dampfpumpkessel oder in ein gleichfalls in der Erde befindliches und mit gewöhnlicher eiserner Pumpe versehenes Reservoir. Ist die Lauge abgelassen, dann wird der Hahn zugedreht und der Kübel auf dieselbe Weise, wie zuvor angegeben, wieder mit Wasser gefüllt, worauf man die Ansätze länger als das erste Mal stehen lässt. Bei einer Stärke von 10° bis mindestens 7° kann die Lauge der im Pumpkessel befindlichen noch beigegeben werden, weil durch minder starke Laugen man in den Siedepfannen zu viel Wasser zu verdunsten haben würde.

Schwächere Laugen, bis hinunter zu 2 bis 1 ½°, werden in einen anderen Pumpkessel oder in ein anderes Reservoir, in der direkten Nähe des ersten befindlich, abgelassen, zum zweiten

Digitized by Google

Auslaugen frischer Ansätze benutzt und desfalls in die damit angefüllten Kübel aufgepumpt.

Die Inhalte des ersten Pumpkessels, die starken Laugen, werden aufgetrieben und in die Siedepfannen geleitet. Die bis zu 2 bis $1\frac{1}{2}^0$ ausgelaugten Inhalte der Kübel werden mit eisernen Schaufeln in die ihnen in der oberen Reihe zunächststehenden ausgeschlagen und hier bis 0^0 ausgelaugt; der ausgelaugte Rückstand wird, als unbrauchbar angesehen, fortgefahren, um Löcher damit zu füllen oder seichte Stellen damit zu erhöhen und zu ebenen. Man hat versucht, diesen ausgelaugten Rückstand zur Wiedergewinnung von Schwefel aus dem in ihm enthaltenen Schwefelcalcium zu benutzen, auf die Weise, dass man den Rückstand mit Salzsäure behandelte und das entwickelte Schwefelwasserstoffgas mit schwefligsaurem Gase in Berührung brachte, welches man durch Verbrennen von Schwefelkies erzeugte.

Ist man im vollen Betriebe, hat man zwei oder drei Sodaöfen im Gange, oder hat man überhaupt einen hinreichenden Vorrath roher Soda an der Hand, dann werden, je nach Umständen, täglich 4 bis 6 Kübel mit frischen Ansätzen beschickt und auch die zu erhaltenden schwächeren, verschieden grädigen Flüssigkeiten, statt des zu Anfang angewandten Wassers, zum Auslaugen der mehr oder weniger ausgezogenen Rückstände benutzt. Um bei vorkommenden Ofen-Reparaturen nicht zu sehr in der Produktion der Rohsoda unterbrochen zu werden, hält man stets einen Ofen unbenutzt in Reserve.

Statt der vorstehend beschriebenen wendet man — und vortheilhafter, weil der Auslaugeprocess schneller von statten geht — auch Laugekübel an, in denen die falschen Böden durch siebartig durchlöcherte Blechkästen ersetzt sind. Man stellt sechs solcher Kübel, den einen etwas höher als den anderen, von 12 bis 24 Stück oder nach Bedarf mehr, auf terrassenförmig gemauerten oder aus Holz gezimmerten festen Unterlagen auf. Jeder der gusseisernen Kübel hat zwei Abtheilungen, welche durch eine Oeffnung oben und durch eine am Boden angebrachte Oeffnung miteinander verbunden sind. In Fig. 73 und 74 sind die Kübel mit den an ihren Böden durchlöcherten Blechkästen, sowie die Aufstellungsweise derselben versinnlicht.

Digitized by Google

Fig. 73.

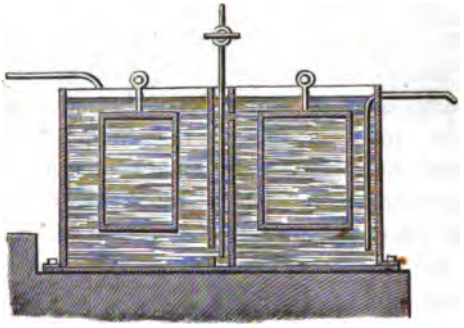
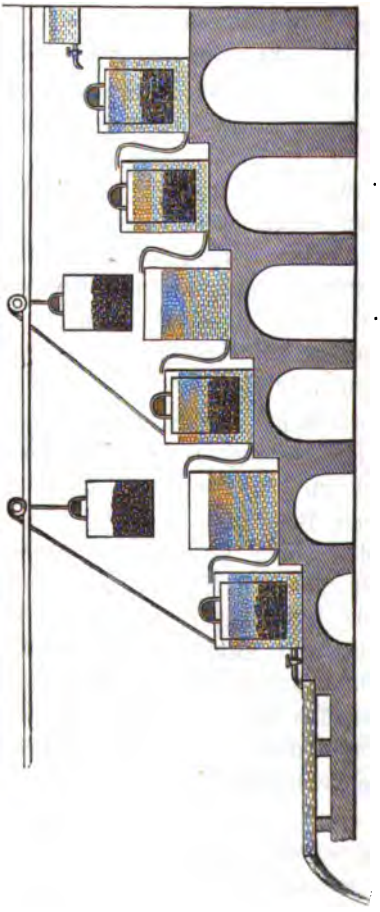


Fig. 74.



Digitized by Google

Die Blechkasten werden, nachdem sie mit aufgebrochener Soda gefüllt sind, in das in den Auslaugekübeln befindliche Wasser soweit hinabgelassen, dass sie eben unter die Oberfläche desselben reichen, durch in dasselbe hineingeleiteten Dampf erhitzt, und erhält man die Temperatur wie oben angegeben zu 36 bis bis 40° C. (= 97 bis 104° F.). Durch, an den Böden der Kübel, wo stets die dichteste Lauge sich befindet, angebrachte Heber kann die Flüssigkeit eines höher stehenden Kübels in den Blechkasten des nächstfolgenden abgelassen werden, wodurch man nicht nur ein vollkommenes Auslaugen der Soda, sondern auch die möglichste Concentration der Lauge erzielt. Während vom Wasserbottich aus in den obersten Kübel stets Wasser zufliesst, wird aus dem untersten concentrirte Lauge von 18 bis 20 bis 23° B. ablaufen. Wenn die im Blechkasten des obersten Kübels befindliche Soda ausgelaugt ist, entleert man denselben und wechselt die Kasten, und zwar so, dass der Kasten des zweiten Kübels in den ersten, des dritten in den zweiten Kübel umgehängt wird, und so fort. Der vorher im ersten Kübel gehangene und vom Rückstande entleerte Kasten wird frisch mit Soda gefüllt und in den untersten Kübel gehangen, woselbst der Lauge neues Material zum Ausziehen dargeboten wird. Die Lauge leitet man in den Pumpkessel, welcher in der Nähe der Kübel in die Erde versenkt ist, und treibt sie von hier aus in die Siedepfannen, in denen sie zur Gewinnung von krystallisirter und calcinirter Soda abgedampft wird.

Um die Soda in Krystallen (Natrum carbonicum crystallisatum; Sel de soude, Cristaux de soude; Soda salt, Soda in crystals) zu erhalten, dampft man die Rohlauge, welche ausser kohlensaurem Natron auch Aetznatron, Schwefelnatrium, schwefligsaures und schwefelsaures Natron enthält, so weit ein, bis eine herausgenommene und im bleiernen Cylinder etwas abgekühlte Probe eine Dichtigkeit von 26 bis 27° B. zeigt, worauf dieselbe in eiserne Krystallisationsgefässe abgelassen wird. Man legt Holzstäbe von verschiedener Länge und in einer Entfernung von einigen Zollen auf die Lauge und überlässt dieselbe der Ruhe.

Die Krystallisationsgefässe sind entweder grosse viereckige Kasten oder Kessel; die letzteren verdienen den Vorzug und zwar deshalb, weil sich aus denselben die Krystalle leichter losbrechen lassen. Diese Gefässe stehen reiheweise in einem kalt-

Digitized by Google

gehaltenen und vor Wind und Regen geschützten Lokale, auf 6 bis 9 zölligen Holzunterlagen.

Sobald die in den Kesseln enthaltene Lauge auskrystallisirt, was nach einigen Tagen geschehen ist, aber auch viel von der Lufttemperatur abhängt, wird die Flüssigkeit durch bleierne Heber abgelassen und in eine kleinere eiserne Pfanne gebracht; die an den Seitenwänden und Böden der Kessel angeschossenen Krystalle werden vermittelst eines breiten Stosseisens losgebrochen, sowie auch das an die Holzstäbe sich festgesetzte Salz abgeklopft wird. Das Salz wird auf Körbe geschlagen, die man auf ein Querholz und auf eine Seite des Kesselrandes stellt, damit die anhängende Lauge abfliesse, worauf man das Salz mit etwas Wasser abspühlt; das Waschwasser wird der in der Pfanne befindlichen Lauge zum weiteren Verdunsten beigegeben. Sobald diese Lauge wiederum eine Stärke von 26 bis 27° erhalten hat, bringt man sie zurück in die Kessel und verfährt wie vorhin. Nachdem die zum zweiten Male auskrystallisirte Lauge in die Pfanne zurückgegeben worden ist, füllt man dieselbe mit frischer, siedewürdiger Lauge nach und wiederholt die Operationen des Abdampfens, Krystallisirens und des Salzausmachens bis man sich ein ansehnliches Quantum von rohem krystallisirtem Natroncarbonat verschafft hat. Dieses rohe Salz löst man in einer eisernen Pfanne oder in einem grossen eisernen Kessel in etwa 1¼ Th. reinem Wasser auf und dunstet die Auflösung so weit ab, bis eine herausgenommene und etwas abgekühlte Probe 24 bis 25° B. zeigt. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann lässt man die Lauge zum Abklären stehen, bringt sie später in die rein gescheuerten und gut ausgewaschenen eisernen Kessel, legt reine Holzstäbe — nicht solche, die vorher schon in der Rohlauge gelegen haben und von derselben durchdrungen sind — auf dieselbe, oder steckt, wie beim »Seignettesalz« angegeben, Stäbe an Querhölzer befestigt und von Oben mit Steinen oder Eisenstücken beschwert, in die Flüssigkeit.

Die Mutterlauge, welche beim Auskrystallisiren der eingekochten Rohlauge verbleibt und Aetznatron, Schwefelnatrium, schwefligsaures Natron enthält, wird, wenn eine hinreichende Menge davon vorräthig ist, in einer eisernen Pfanne oder in einem desgleichen Kessel zur Trockne eingedampft und die Masse mit Sägemehl vermengt im Calcinirofen geglüht, wodurch Schwefel —

Digitized by Google

wahrscheinlich als Schwefelwasserstoff — entweicht und kohlensaures Natron gebildet wird.

Hat man nach einigen Tagen durch ein hineingestecktes Thermometer sich überzeugt, dass die Lauge vollkommen kalt geworden, dann ist die Krystallisation als beendigt anzusehen. Die Lauge wird zurück in die Pfanne oder in den Kessel gegeben, das Salz losgemacht, auf Körbe geschlagen, etwas mit Wasser gewaschen, und nachdem man die Abwaschflüssigkeit gleichfalls in die Pfanne gebracht hat, wird mehr Wasser hinzugesetzt und in der zum Kochen erhitzten Flüssigkeit eine genügende Menge krystallisirter Soda, aus den ersten Operationen, in derselben aufgelöst, bis sie wiederum eine Dichtigkeit von 24 bis 25 ° B. hat. Man bringt die heisse und abgeklärte Lauge zur Krystallisation zurück in den Kessel und verfährt wie vorhin, bis der Vorrath des aus der eingekochten Rohlauge erhaltenen Salzes aufgelöst ist. Hierauf wird die Lauge abwechselnd eingedampft und der Krystallisation unterworfen, bis das Salz anfängt eine gelbliche Farbe anzunehmen, die sich durch geringes Waschen mit Wasser schwer oder gar nicht entfernen lässt; oder auch, eine Probe davon in Wasser gelöst eine Auflösung gibt, in welcher Bleisolution keinen weissen, sondern einen gefärbten Niederschlag hervorbringt, und in welcher, auf Zusatz von diluirter Schwefelsäure, Schwefelwasserstoff entwickelt wird. Dieses gelblichgefärbte Salz wird als Rohsalz betrachtet und später mit grösseren Quantitäten rohen kohlensauren Natrons wieder aufgelöst, oder dasselbe wird, sammt der aus dieser Arbeit zurückgebliebenen Mutterlauge, derjenigen Lauge beigegeben, die, für calcinirte Soda *(Soda-ash)* bestimmt, eingekocht und calcinirt werden soll.

Das erhaltene Salz wird in hölzernen Repositorien, auf Horden oder auf grossen mit grober Leinwand bespannten hölzernen oder eisernen Rahmen, an einem luftigen, aber nicht warmen Platze getrocknet, wenn trocken, in Fässer verpackt und als käufliches kohlensaures Natron (Crystallized soda of commerce) in den Handel gebracht.

Um reines kohlensaures Natron darzustellen, löse man eine beliebige Menge des obigen in einem reingescheuerten eisernen Kessel in der anderthalbfachen Menge destillirten oder Regen-Wassers auf, filtrire die heisse Auflösung durch einen dichten leinenen Spitzbeutel in grosse irdene Satten (Schüsseln) von 12

Digitized by Google

bis 18 Quart Inhalt, und stelle dieselben an einen kalten Platz. Die nach einigen Tagen ausgeschiedenen Krystalle werden auf reinen irdenen oder gläsernen Trichtern gesammelt, mit etwas Wasser gewaschen, auf mit Papier belegten Horden an der Luft getrocknet und in einem kühlen Orte aufbewahrt. Die Mutterlauge wird sammt dem Waschwasser weiter verdunstet, im Uebrigen damit wie vorhin verfahren.

Da die gewöhnliche krystallisirte Soda selten ganz frei von Glaubersalz ist, so gehen meistens geringe Antheile davon in die neuen Krystallisationen wieder mit über, weshalb jeder einzelne getrocknete Anschuss dergestalt darauf untersucht werden muss, dass man ein Pröbchen in Wasser löst, die Flüssigkeit mit Salpetersäure übersättigt und salpetersaure Barytsolution hinzufügt. Ausser Glaubersalz kann das so gereinigte kohlensaure Natron auch Kochsalz enthalten, weshalb dessen mit Salpetersäure übersättigte Auflösung durch Silbersolution auf Chlor geprüft werden muss. Die rückständige Mutterlauge setzt man beim Auflösen des rohen Sodasalzes hinzu, oder verwendet sie im Calcinirofen für trockne Soda *(Soda-ash)*.

Ein sehr reines kohlensaures Natron erhält man aus dem Bicarbonat durch Glühen im blanken eisernen Kessel, Auflösen des geglühten Salzes in reinem Wasser und Abdampfen zur Krystallisation. Jedoch habe ich dazu mich niemals desjenigen doppeltkohlensauren Salzes bedient, welches aus der an der Luft zerfallenen Soda bereitet worden war, sondern jenes sehr reinen Artikels, den ich durch Einleiten von kohlensaurem Gas in eine 20 grädige Auflösung des krystallisirten Salzes erhalten und die gewonnenen Krystalle nachher gut mit Wasser gewaschen hatte. Auch habe ich einigemal reines essigsaures Natron im blanken eisernen Kessel geglüht bis die Essigsäure zersetzt war; im Uebrigen wurde dabei verfahren, wie bei dem gleichnamigen Kalisalze. Man gab später die Sache wieder auf, weil bei den gehörig beobachteten Vorsichtsmaassregeln ein eben so reiner Artikel auf den beiden anderen Wegen — und um Vieles billiger — erhalten werden konnte.

Was die calcinirte Soda (Calcinirtes kohlensaures Natron; Natrum carbonicum calcinatum; Soude raffinée; Soda ash, british alkali), betrifft, so erhält man dieselbe dadurch, dass man

Digitized by Google

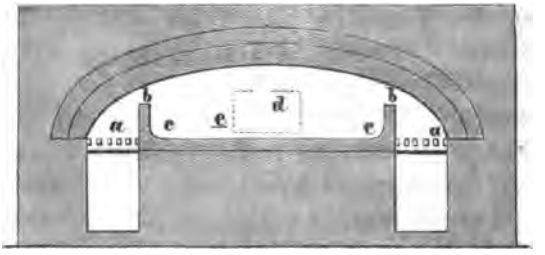
die Rohlauge durch Einkochen concentrirt und, sobald Salz anfängt zu Boden zu fallen (welches 1 M. G. Wasser enthält), wie beim Soggen des Kochsalzes, das Feuer mässigt. Das niederfallende Salz wird mit eisernen Krücken, an die kälteren Stellen der Pfanne, nach hinten und den Seiten zu gezogen und, wenn daselbst angehäuft, mittelst eiserner Schaufeln auf trichterförmige eiserne Kasten geschlagen, die perforirte Böden haben und, zum Abtropfen der anhängenden Lauge, über der Pfanne aufgestellt sind. Das ausgeschiedene Salz wird im Flammofen calcinirt, die starke Mutterlauge aber, wie oben bemerkt, in einer eisernen Pfanne oder in einem eisernen Kessel eingetrocknet und mit Sägemehl oder Kohlenklein im Ofen geglüht.

Weit einfacher und in ökonomischer Beziehung vortheilhafter, wenn gleich weniger frei von anderen Beimischungen, erhält man die calcinirte Soda, wenn die Rohlauge in der Pfanne von Eisenblech zu 36 bis 38° (warm gewogen) oder, kurz vor dem Ausfallen von kohlensaurem Salz, mit 1 M. G. Wasser, langsam eingekocht, in diesem Zustande in einem Flammofen weiter eingetrocknet und zuletzt schwach geglüht wird.

Zu dieser Arbeit habe ich mich meistens ähnlicher Oefen bedient, wie man sie zum Calciniren der Pottasche gebraucht. Der Ofen — Fig. 75 im senkrechten Breitedurchschnitt — hat an beiden Seiten Feuerungen a a, deren Roststäbe man am besten in zwei Reihen hintereinander legt, um die einzelnen Stäbe nicht zu lang zu haben, die Flamme schlägt über die Feuerbrücken b b auf das Bett c c, entweicht durch Oeffnungen im Gewölbe und geht dann abwärts in einen gemauerten Kanal, welcher mit der allgemeinen Esse der Fabrik in Verbindung steht. — Bei d ist die Arbeitsthür, welche 18 bis 20″ lang und 12 bis 13″ hoch und in der Nähe derselben, auf der linken Seite, befindet sich im Mauerwerk bei e eine Oeffnung, durch welche man, soll der Ofen beschickt werden, ein 3½ bis 4″ im Lichten weites, einige Fuss in denselben hineinreichendes und dabei etwas abwärts geneigtes eisernes Rohr hineinsteckt, um durch eine Röhrenleitung von der etwas höher gelegenen Pfanne Lauge in den Ofen einlassen zu können; zu anderer Zeit wird diese Oeffnung durch einen eisernen Schieber oder durch einen Charmottestopfer verschlossen gehalten. Das Bett (Heerd oder Sohle) hat man von 8 bis 10′ Länge bei einer Breite von 5 bis 7′, oft aber auch 12′ lang und 8′ breit;

Digitized by Google

Fig. 75.



ich habe meistens das kleinere Verhältniss angewandt, 8′ lang und 5 ½′ breit. Das Bett ist horizontal, unten an sämmtlichen vier Seiten aber etwas ausgerundet oder ausgekehlt und entweder aus gefalzten 1 bis 1 ¼ zölligen gusseisernen Platten, deren Falze man vernietet, zusammengesetzt oder in einem Stück gegossen, oder man macht dasselbe aus feuerfesten Platten. Im letzteren Falle legt man auf den sehr festgestampften Boden zwei bis drei Reihen hartgebrannter Backsteine, dann eine Schicht aneinander abgeriebener Charmottesteine, deren Fugen mit einem dünnen Brei von feingepulvertem Feuerthon vergossen werden — wie bereits bei dem Aufbau anderer Flammöfen gesagt worden ist — und auf diese bringt man eine Lage Charmotteplatten, welche 18 bis 20″ lang, 10 bis 12″ breit und 3½ bis 4″ stark und gepresst sind. Die Seitensteine des Betts werden auf dem Ziegelhofe nach Vorschrift angefertigt; denn dieselben aus starken Charmotteplatten machen zu lassen, gelingt selten gut, ist mühsam und kostspielig; die Fugen vergiesst man gleichfalls mit durch Wasser zum Brei angerührtem geschlämmtem Feuerthon. Man kann auch feuerfeste Steine von den gewöhnlichen Dimensionen nehmen; allein es ist rathsamer Platten anzuwenden, da man dann nicht so viele Zwischenräume in der Ofensohle bekömmt.

Sobald der Ofen aufgeführt ist, lässt man sämmtliche Oeffnungen offen stehen, um die Luft für einige Tage durchstreichen zu lassen, alsdann macht man Feuer, welches nach und nach verstärkt wird und, wenn der Ofen gehörig ausgetrocknet ist, lässt man aus der Pfanne, die mindestens eine Bodenfläche von 150 Quadratfuss und eine Bordhöhe von 12 bis 14″ hat, so viel starke Lauge in denselben hineinlaufen, bis das Bett etwa zu ⅚ bis ¾ seiner Höhe damit angefüllt ist. Wenn die Lauge an-

Digitized by Google

fängt dicklich zu werden, lässt man so viel aus der Pfanne nachlaufen, dass das Bett abermals zu $\frac{3}{4}$ angefüllt ist und rührt mit der Krücke gut durch, um eine gleichförmige Masse zu haben. Nachdem dieselbe abermals dicklich wird, rührt man wiederum öfters durch, damit sich so wenig als möglich auf dem Boden anlege und, wenn die Masse anfängt sich in Klumpen zu ballen, werden diese durch das Durcharbeiten mit Rechen oder Krücke gehörig zertheilt. Man gibt nun, ohne die Soda dabei zu schmelzen, ein schwaches Glühfeuer, während welchem die Masse durchgerührt wird, um sie völlig auszutrocknen und die in ihr noch enthaltenen geringen Mengen von sulphurösen Verbindungen durch das Kohlenoxydgas zu zersetzen und zu entfernen. Sobald die Masse ein grobes oder gröbliches, trockenes, weissliches Pulver bildet, verschliesst man den Zug oberhalb des Ofengewölbes zur Hälfte mit dem Dämpfer, lässt Arbeits- und Heitzthüren etwa $\frac{1}{4}$ Stunde lang offen, zieht sodann die Soda aus dem Ofen in vorgesetzte eiserne Schubkarren oder in, auf hölzernen Schubkarren stehende, Kasten von starkem Eisenblech, und fährt sie in ein abgesondertes, trocknes Lokal, woselbst sie in diesem Zustande in Fässer verpackt oder zuvor gemahlen und zu einem gleichförmigen Pulver abgesiebt wird.

Nachdem der Ofen entleert ist, füllt man denselben wieder mit Lauge an und verfährt wie Oben. Man kann in einem solchen Ofen wöchentlich. d. i. in 6 Tagen und eben so viel Nächten, von 15 bis 20 Tonnen (30 bis 40 Tausend Pfund) calcinirte Soda ausbringen, und zahlt an die Arbeiter pr. Tag oder für die 100 Pf. oder für die Tonne.

Da die calcinirte Soda nach ihrer Grädigkeit, oder nach ihrem Procentgehalt an Natron, verkauft wird und verschieden ausfällt (— manche Fabrikanten auch wohl Kochsalz oder Glaubersalz absichtlich zusetzen, um das Gewicht zu vermehren —) so ist es nöthig, dieselbe nach dem guten Durchmischen, vor dem Verpacken, auf ihre Stärke zu prüfen. Solches geschieht meistens mit dem Alkalimeter von Descroizilles, oder Gay-Lussac. Dieses Instrument besteht in einem Glascylinder mit Fuss (Fig. 76), welcher 8 bis 9″ hoch, 7 bis 8‴ weit und oben mit einem umgebogenen Rande und Ausgusse versehen ist. Derselbe ist vom Boden auf in 100 gleiche Raumtheile oder Grade eingetheilt, von denen ein jeder $\frac{1}{200}$ Liter oder den Raum eines $\frac{1}{2}$ Gramme Wasser gleich ist; die Zahl der Grade steigt von oben nach

Digitized by Google

unten. Oder es ist unten an den Cylinder eine Glasröhre angeblasen (Fig. 77), deren Ende etwas umgebogen ist und in welcher die Flüssigkeit mit der im Cylinder im gleichen Niveau steht; diese Röhre dient zum Ausgiessen oder Auströpfeln, und damit beim Ausgiessen nichts von der Flüssigkeit an der Röhre hinunterfliesse, drückt man etwas Wachs oder Talg unten an den Rand derselben.

Fig. 76.

Fig. 77.

Für den gewöhnlichen Gebrauch mischt man 1 Th. concentrirte Schwefelsäure mit 9 Th. Wasser vorsichtig und auf die Weise, dass man die Säure langsam in einem dünnen Strahle und unter stetem Umrühren mit einem Glasstade in das letztere hineingiesst, und lässt erkalten.

Man löst von der zu prüfenden calcinirten Soda *(Soda-ash)* 5 Grammen in einer porcellanenen Schaale oder in einem Becherglase in etwa 2 Unzen heissen destillirten Wassers auf, filtrirt, wenn nöthig, giesst etwas Lackmustinctur in die Auflösung und füllt sodann den gräduirten Cylinder mit der verdünnten Säure bis an den 0 Strich. Von diesen 100 Volum verdünnter Säure setzt man nun allmälig und unter Umrühren mit einem Glasstabe der Sodaauflösung hinzu, zuletzt, wenn das Aufbrausen sehr schwach wird, tropfenweis, bis die Neutralisation erfolgt ist. Die verbrauchte Menge Probesäure findet man durch Besichtigung des Flüssigkeitsstandes im Cylinder; man rechnet um sicher zu gehen $\frac{1}{2}$ Grad weniger. Je mehr kohlensaures Natron nun in der Soda

Digitized by Google

enthalten ist, desto mehr Probesäure wird zur Neutralisation verbraucht, und man erhält dadurch die alkalimetrischen Grade oder Procente nach Decroizilles. Durch eine solche Prüfung wird indess nur der relative, nicht der absolute Gehalt an Soda angegeben. Der Erfahrung gemäss neutralisiren 100 Th. reinstes Natron 157 Th. concentrirte Schwefelsäure, und hierauf stützt sich die Auffindung des absoluten Gehaltes.

Das Alkalimeter, dessen ich mich seit vielen Jahren bediene, hat die unter Fig. 77 angegebene Form, $13\frac{1}{2}$'' Länge, eine Weite von $\frac{3}{16}$'' im Lichten, und ist in 200 gleiche Raumtheile eingetheilt, welche bis zum 0 Strich 100 C. C. oder 100 Grammen Wasser fassen, mithin ist jeder Grad gleich $\frac{1}{2}$ C. C. oder $\frac{1}{2}$ Gramme Wasser. Die Probesäure wird aus 400 Gram. reiner Schwefelsäure von 1,846 sp. Gew. und 4313 Grammen destillirten Wassers gemischt; sie zeigt bei + 15° C. ein sp. G. von 1,0523 — etwas mehr als 7° Beaumé. — Zur Ajustirung dieser Probesäure, welche man in einer Stöpselflasche an einem trocknen, nicht warmen Platze aufbewahrt, wendet man vollkommen trocknes, chemisch-reines kohlensaures Natron an, das man sich am besten durch scharfes Ausglühen von reinem doppeltkohlensaurem Natron im Silbertiegel verschafft. Zehn Grammen dieses ausgeglühten Salzes müssen gerade 200 Volumtheile der obenangegebenen verdünnten Schwefelsäure neutralisiren.

Bei Prüfung von calcinirter Soda füllt man den Cylinder bis an den 0 Strich mit der verdünnten Säure an, löst entweder 5 oder 10 Grammen der Soda in heissem Wasser auf, und setzt der Solution etwas Lackmustinctur hinzu. Um bei dem täglichen Prüfen nicht zu viel Soda zu verlieren, wendet man am besten nur 5 Grammen derselben an. Man setzt der Auflösung so lange Probesäure hinzu, bis das Aufbrausen aufhört und die Flüssigkeit eine weinröthliche Farbe annimmt, worauf man stark erhitzt und von der Flüssigkeit mittelst eines Glasstabes auf geröthetem Lackmuspapier Striche zieht. Erscheinen die Striche nach dem Abtrocknen blau, dann wird so lange tropfenweis von der Probesäure hinzugesetzt, bis auf dem Papier keine Veränderung mehr hervorgebracht, blaues Lackmuspapier aber auch nicht roth gefärbt wird. Wurden bei Anwendung von 5 Grammen Soda 85 Säuregrade erfordert, so zeigt dies an, dass das geprüfte Salz 85 % reines kohlensaures Natron enthielt, und hatte man 10 Grammen

Digitized by Google

Soda angewandt und zu deren Neutralisation 170 Volumtheile verbraucht, so hat man diese durch 2 zu dividiren. Diese 85 % kohlensaures Natron entsprechen 49,8865 reinem Natron; denn

$$\frac{100 : 58{,}69 = 85 : x}{} = 49{,}8865.$$

Um in einer calcinirten Soda mittelst des Alkalimeters sogleich den Procentgehalt an reinem Natron ohne Rechnung zu finden, verfahre man also. Es werden 400 Grammen concentrirter Schwefelsäure von 1,846 sp. G. langsam und unter Umrühren mit einem Glasstabe mit 5022 Grammen destillirten Wassers verdünnt, um eine starke Erhitznng zu vermeiden; diese verdünnte Säure bewahrt man unter den obenangegebenen Vorsichtsmaassregeln zum Gebrauch auf. Von dieser Probeflüssigkeit füllt man das in 200 gleiche Raumtheile eingetheilte Alkalimeter bis an den 0 Strich an. Diese Flüssigkeitssäure enthält 7,85 Grammen concentrirter Schwefelsäure, mithin ein jeder Grad 0,03925 Gramme. Man löst nun 5 Grammen der zu prüfenden Soda in etwa 2 Unzen heissen Wassers auf, gibt der Solution etwas Lackmustinctur bei und setzt, wie oben beschrieben, so lange von der Probesäure hinzu, bis die Neutralisation erfolgt ist. Man liest die verbrauchten Grade ab und dividirt dieselben durch 2. — Gesetzt, man habe 100 Säuregrade verbraucht, so gibt dies 50 % an reinem Natron oder 85,19 % reines kohlensaures Natron; denn

$$\frac{58{,}69 : 41{,}31 = 50 : x}{} = 35{,}19.$$

Die Prüfung der rohen Soda anlangend, so schüttelt man 10 Grammen derselben, ziemlich feingepulvert, in einem Stöpselglase mit $\frac{1}{8}$ Liter kaltem destillirtem Wasser eine Stunde lang. Zum Abmessen des Wassers bedient man sich eines becherförmigen Glases, welches durch zwei Feileinschnitte in 2 gleiche Raumtheile getheilt ist, deren jeder $\frac{1}{16}$ Liter enthält. Nach dem gehörigen Schütteln wird die Flüssigkeit nebst dem unaufgelösten Rückstande auf ein Filter gebracht. Von der klaren Flüssigkeit nimmt man nun genau die Hälfte, welche bis an den unteren Strich reicht; dieses Quantum enthält also das Auslaugbare von 5 Grammen der angewandten rohen Soda. Man gibt diese Hälfte in eine Porcellanschaale oder in ein Becherglas, setzt etwas

Digitized by Google

Lackmustinctur hinzu und erwärmt, worauf man aus dem bis an den 0 Strich mit Probeflüssigkeit gefüllten Cylinder nach und nach zusetzt und ebenso verfährt, wie oben bei Prüfung der calcinirten Soda auf ihren Natrongehalt gezeigt worden ist. Das Verbrauchte der Säure zeigt auch hier die alkalimetrischen Grade oder den Procentgehalt der Soda an.

Da die Soda schwefligsaures und unterschwefligsaures Natron und Schwefelnatrium enthält, so kommen bei Prüfung derselben Schwierigkeiten in's Spiel. Wenn man Probesäure zusetzt, so wird nicht nur das an Kohlensäure gebundene Natron neutralisirt, sondern auch das mit der schwefligen und der unterschwefligen Säure verbundene, und das aus dem Schwefelnatrium durch Wasserzersetzung sich erzeugende Natron. Dadurch erscheint die Soda reichhaltiger an kohlensaurem Natron als sie es in Wahrheit ist. Diese Irrthümer zu beseitigen, hat uns *Gay-Lassac* nachstehendes Mittel anzuwenden gelehrt. Man setzt zu der Auflösung etwas chlorsaures Kali, dampft zur Trockne ab, glüht, löst wieder auf und stellt nun die gewöhnliche Prüfung an. Die schweflige und unterschweflige Säure und der Schwefel sind durch das Glühen mit chlorsaurem Kali in Schwefelsäure verwandelt worden. Prüft man jetzt die so behandelte Soda, so erhält man zwar weniger Procente an Natron als vorher, dafür aber den wirklichen Gehalt an kohlensaurem Salz.

Doppeltkohlensaures Natron.

$NaO, 2\,CO_2 + HO$ oder $NaO, CO_2 + HO, CO_2$.

(Zweifachkohlensaures Natron, Natronbicarbonat; Natrium oxydatum bicarbonicum, Natrum bicarbonicum, Natrum carbonicum acidulum; Bicarbonate de soude; Bicarbonate of soda.)

Das Natronbicarbonat wurde früher und wird zum Theil auch jetzt noch auf ganz ähnliche Weise dargestellt, wie das Kalibicarbonat. Der Auflösung des einfachkohlensauren Natrons, welche

Digitized by Google

man mit dem kohlensauren Gase sättigen will, gibt man am besten eine Dichtigkeit von 1,160 sp. G. oder 20° B. Das Salz, welches auf diese Weise erhalten wird, erscheint seltener in kleinen vierseitigen Tafeln, meistens in unregelmässigen Kryställchen zusammengruppirt, in rindenförmigen Stücken an den Böden und Seiten der Glasballons abgesetzt.

Später habe ich dasselbe öfters nach der von Berzelius angegebenen und in die schwedische Pharmacopäe aufgenommenen Methode *) angefertigt, jedesmal nur in geringen Mengen von 20 bis 25 Pfund. Nach dieser Methode wird 1 Th. krystallisirtes kohlensaures Natron durch Zusammenreiben mit 3 Th. an der Luft zerfallener Soda innig vermischt, worauf man das Pulver in einem passenden Gefässe ausbreitet und in dasselbe so lange Kohlensäure hineinleitet, bis es vollkommen damit gesättigt ist. Das trockne Salz wird mit gleichen Gewichtstheilen kaltem destillirtem oder Regenwasser übergossen; nach 12 Stunden lässt man das Wasser wieder ab, sammelt das Salz auf irdenen oder gläsernen Trichtern, um die anhängende Flüssigkeit abtropfen zu lassen, und trocknet es, auf flachen irdenen Schüsseln ausgebreitet, an der Luft. Nach dem Trocknen wird es fein zerieben und in Glasflaschen aufbewahrt.

Das abgegossene Wasser enthält einfachkohlensaures Natron, auch wohl Glaubersalz und Kochsalz, und wird anderen Sodalaugen zu weiterer Benutzung beigegeben.

Als Gefäss für die Entwickelung der Kohlensäure bedient man sich, wie bei dem gleichnamigen Kalisalze angegeben ist, eines aus hartem Holz luftdicht gemachten Fasses, welches man durch eine gebogene Glasröhre mit einer weithalsigen Flasche verbindet, in welcher etwas Wasser vorgeschlagen ist, um das Gas zu waschen. Von hieraus führt eine zweite Glasröhre durch den Kork der Dille B des aus starkem verzinntem Eisenblech verfertigten Cylinders A, der oben mit einem locker schliessenden Deckel C versehen ist. Der letztere hat in der Mitte ebenfalls eine Dille, über welche eine ausgedrückte Blase D festgebunden wird. Zur Aufnahme des gemischten Natronsalzes dient eine

*) M. s. Poggendorff's Annalen Bd. 19, Stück 3, 1830, Nr. 7, S. 434 und 435.

Digitized by Google

Fig. 78.

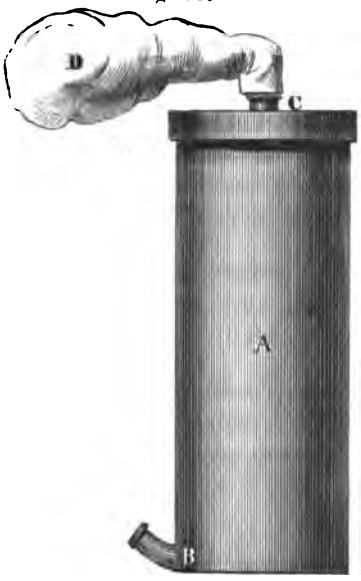
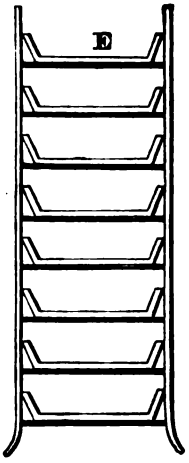


Fig. 79.



Anzahl von Sieben, bestehend aus Eisenringen, über welche Leinwand ausgespannt ist. Diese Siebe werden, nachdem sie mit einer Lage von Natron bedeckt sind, in einem Gestelle E aufeinander gesetzt und mit demselben in den Cylinder A gebracht, den man nun durch den Deckel verschliesst und daselbst mit Mehlkleister luftdicht verklebt. Nachdem auch die gläsernen Verbindungsröhren luftdicht verkittet worden sind, wird durch das Spundloch des Fasses in kleine Stücke zerbrochener Kalkstein etwa 3″ hoch auf dessen Boden eingetragen und ohngefähr 6″ hoch mit Wasser übergossen. Ist auch dies geschehen, so verschliesst man das Spundloch dicht mit einem gutpassenden Holzzapfen, setzt das Trichterrohr gleichfalls luftdicht ein, und giesst durch dasselbe gewöhnliche Salzsäure von 17 bis 20 Grad ein. Wenn nun Kohlensäure durch die Oeffnung B in den Apparat geleitet wird, schwillt die Blase D auf und dient dazu, auf den Gang des Processes zu achten, damit, wenn sie zusammenfällt, man jedesmal eine neue Portion Gas hineintreten lassen muss, so lange, bis nichts mehr absorbirt wird.

Es wurden in dem mir zu Gebot stehenden Cylinder 20 bis 24 Pfund der Sodamischung mit Kohlensäure gesättigt und das

Digitized by Google

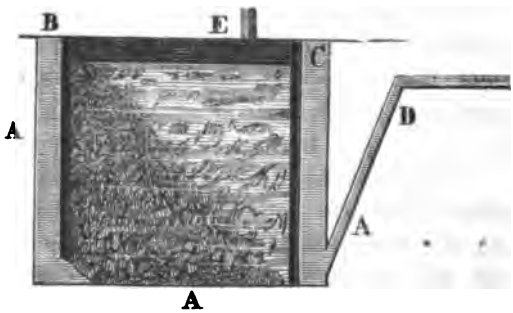
erhaltene Salz im zinnernen Kessel mit der oben angegebenen Menge kalten destillirten Wassers übergossen. Die Ausbeute des getrockneten Bicarbonats betrug für 24 Pf. des angewandten Gemisches von 25¾ bis 28 Pfund.

Das zweifachkohlensaure Natron löst sich in 13 Th. kaltem Wasser auf, und ist auf einfaches Carbonat, Schwefelsäure und Chlor zu prüfen.

In späteren Jahren wurde eine andere Methode von mir befolgt, die nämlich, das einfach-kohlensaure Natron im krystallisirten Zustande mit kohlensaurem Gase zu behandeln.

Ein grosses aus Stein gefertigtes viereckiges Gefäss (Cisterne) A A A ist in der Nähe der Salzsäure-Condensatoren in Thon gut eingelegt, und wird mit Stücken-Kreide oder mit nicht allzufein zerschlagenem bitumenfreiem Kalkstein, oder mit Marmorabfällen gefüllt.

Fig. 80.

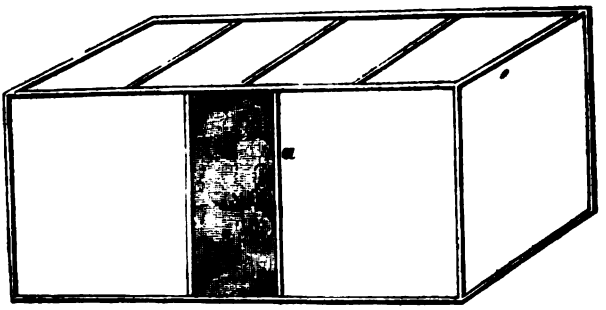


Man führt die von den Condensatoren abgehende Salzsäure durch die bis auf den Boden der Cisterne reichende steinerne Röhre B, sie steigt durch den aufgeschichteten kohlensauren Kalk in die Höhe, entwickelt auf ihrem Durchgange Kohlensäure, die gebildete Auflösung des Calcium-Chlorides geht bei C durch eine andere steinerne, der Röhre B gleiche, Röhre und wird durch D abgeführt. Das kohlensaure Gas entweicht durch die Oeffnung E, um durch eine steinerne Röhre in eine grosse luftdichte Cisterne geleitet zu werden, welche krystallisirtes kohlensaures

Digitized by Google

Natron enthält. Die Kohlensäure kann durch keine andere Oeffnung als bei E entweichen, da das ganze Gefäss bis C mit Flüssigkeit gefüllt ist, und auch diese Röhre sowie die Röhre D stets mit salzsaurer Kalklauge angefüllt sind. Die einzige Vorsicht, welche man zu beobachten hat, ist, die Cisterne jeden Morgen mit kohlensaurem Kalk zu füllen. Die Kohlensäure wird, wie bereits gesagt, einem luftdichten Gefässe zugeführt, welches an der einen Seite mit einem Mann-Loch und im Boden mit einem

Fig. 81.



kleinen Rohre versehen ist, um durch das letztere Krystallwasser abzuleiten, welches sich auszuscheiden beginnt, sobald die Absorption der Kohlensäure stattfindet. Grosse Massen krystallisirter Soda werden in der Cisterne aufgeschichtet, worauf man die Thür des Mann-Lochs a luftdicht verschliesst und das kohlensaure Gas einströmen lässt. Bei dieser Operation wird eine nicht unbeträchtliche Menge Wärme frei, und nach 10 bis 14 Tagen ist das einfach-kohlensaure Natron in zweifaches übergeführt. Da dasselbe übrigens sehr feucht ist, wird es vorsichtig getrocknet, was man am besten auf den hölzernen Repositorien einer Trockenkammer vornimmt, durch welche in eisernen Röhren heisse Luft geführt wird. Wenn das Bicarbonnat vollkommen trocken ist, wird es zwischen Steinen und zwar, um alles Erwärmen durch Friction zu verhüten, sehr langsam gemahlen. Das zarte, blendendweisse Pulver drückt man zum Versande fest in mit Papier ausgelegte hölzerne Kasten oder Fässer ein.

Digitized by Google

Jenes Krystallwasser, welches bei Umwandlung des einfachen in zweifachkohlensaures Salz ausgeschieden wird, dampft man mit der Lauge zur Gewinnung von calcinirter Soda (*Soda-ash*) ein, da es etwas kohlensaures Natron enthält.

Phosphorsaures Natron.

$$2\,Na\,O + H\,O + P\,O_5 + 24\,H\,O.$$

(Phosphorsaures Mineralalkali, Perlsalz; Natrium oxydatum phosphoricum, Natrum phosphoricum crystallisatum, Alkali minerale phosphoricum, Soda phosphorata, Sal perlatum; Phosphate de soude; Phosphate of Soda.)

In einem aus starken Bohlen gefertigten grossen Bottich werden, wie unter dem Artikel »Phosphorsäure« näher beschrieben, 90 Pf. weissgebrannte und gemahlene Knochen mit 75 Pf. 66grädiger Schwefelsäure und der nöthigen Menge Wasser behandelt. Die erhaltenen Flüssigkeiten werden in einer bleiernen Pfanne bis auf etwa $5\frac{1}{2}$ bis 6 Eimer eingekocht, worauf das Feuer entfernt wird, die Heitzthür offen bleibt und man den Pfanneninhalt der Ruhe überlässt. Nach 24- bis 36 stündigem Stehen trennt man die in der Lauge befindlichen seidenglänzenden, feinkrystallinischen Massen durch einen leinenen Spitzbeutel, gibt die klare Flüssigkeit in einen reinen Bottich und verdünnt mit 10 bis 12 Eimern heissen Wassers. Zur Absättigung der sauren Flüssigkeit löst man in der vorher gereinigten bleiernen Pfanne krystallisirtes, glaubersalzfreies kohlensaures Natron in warmem Wasser auf und setzt von dieser Auflösung so lange der Flüssigkeit im Bottich hinzu, als dadurch noch ein Niederschlag entsteht. Wird in einer abfiltrirten Probe durch Sodalösung keine Trübung mehr hervorgebracht, dann rührt man den Inhalt des Bottichs nochmals gut durch, lässt erkalten, und trennt die Lauge vom abgesetzten Niederschlage durch Filtration in einem leinenen Spitzbeutel. Die klare Flüssigkeit wird in der gutausgewaschenen Pfanne eingedampft und in grossen irdenen Schüsseln zur Kry-

Digitized by Google

stallisation an einen kühlen Platz gestellt; die Lauge muss einen fast unmerklichen Ueberschuss an kohlensaurem Natron enthalten, wodurch das Salz leichter krystallisirt. Der auf dem Spitzbeutel verbliebene Niederschlag (basischphosphorsaurer Kalk) kann bei Ansätzen für Phosphorsäure den Knochen beigegeben werden.

Das nach 24 bis 48 Stunden angeschossene Salz wird auf steinernen Trichtern gesammelt, auf denselben mit etwas destillirtem Wasser abgewaschen, Lauge und Waschwasser weiter eingedampft und dann wieder zur Krystallisation bei Seite gestellt; und auf diese Weise wird fortgefahren bis eine nicht allzu grosse Menge Mutterlauge zurückbleibt, die man bis zur nächsten Bereitung des Salzes aufhebt, und als kohlensaures Natron zur Präcipitation mit verwendet.

Die beiden ersten Anschüsse verhalten sich als reines Phosphat, meistens auch noch der dritte, die folgenden aber müssen mit verdünnter Salzsäure auf kohlensaures Natron untersucht werden, und falls sie solches enthalten, löse man diese Anschüsse nochmals in (destillirtem) Wasser auf und verdunste in irdenen Schüsseln im Sandbade zur Krystallisation; jeder hieraus hervorgehende Anschuss ist einzeln für sich auf Natroncarbonat zu untersuchen. Die hier verbliebene Mutterlauge verwendet man für denselben Zweck wie die erste, wovon oben gesprochen worden ist.

Für die aus 90 Pf. Knochen und 75 Pf. Schwefelsäure erhaltene saure Lauge gebrauchte man 90 bis 100 Pf. krystallisirtes kohlensaures Natron, und man erhielt zwischen 94 bis 96 Pfund krystallisirtes Natronphosphat.

Das erhaltene Salz wird auf, mit Papier belegten Horden ausgebreitet, an der Luft getrocknet und im Magazin an einem kühlen Orte aufbewahrt.

Das phosphorsaure Natron krystallisirt in wasserhellen geschoben vierseitigen Säulen, schmeckt kühlend salzig, nicht bitter, reagirt deutlich alkalisch, verwittert wenig bei gewöhnlicher Temperatur, stark in warmer Luft, löst sich in 12 Th. kaltem, fast in jedem Verhältniss in kochendem Wasser auf, schmilzt nach dem Entweichen des Krystallwassers zu einer klaren Glasperle, die beim Erkalten milchweiss wird. Dieses Salz kann verun-

Digitized by Google

reinigt sein: durch kohlensaures und schwefelsaures Natron, durch Chlornatrium, Spuren von Kalk, Magnesia, Eisen und Kupfer und auch durch arsenige Säure.

Phosphorsaures Ammoniak-Natron.

$$Na\,O,\,NH_4\,O,\,HO + P\,O_5 + 8\,HO.$$

(Harnsalz, Phosphorsalz, Mikrokosmisches Salz; Natrium oxydatum phosphoricum ammoniatum, Natrum phosphoricum ammoniatum, Sal fusibile urinae, Sal essentiale urinae, Sal microcosmicum; Phosphate de soude et d'ammoniaque, Sel de phosphore; Ammonia- and soda-phosphate, Microcosmic salt.)

Man liess 2 Pf. reines krystallisirtes phosphorsaures Natron in einer porcellanenen Schaale im Sandbade in seinem Krystallwasser zergehen, fügte eine filtrirte Auflösung von $5\frac{1}{3}$ Unze Salmiak in $10\frac{2}{3}$ Unzen destillirtem Wasser hinzu und stellte die Schaale in die Kälte. Die nach 36 Stunden angeschossenen Krystalle wurden — von der Lauge, die man weggoss, getrennt — auf einem Trichter gesammelt, mit etwas Wasser bespritzt, um die anhängende Lauge zu entfernen, und dann, auf Papier ausgebreitet, an der Luft getrocknet. Man bekam $1\frac{7}{8}$ bis $2\frac{1}{8}$ Pf. phosphorsaures Ammoniak-Natron, welches stets geringe Mengen von Kochsalz enthielt.

Ein reineres Präparat erhält man, wenn man in einer Porcellanschaale $1\frac{3}{8}$ Pf. reines krystallisirtes phosphorsaures Natron und $\frac{1}{2}$ Pf. krystallisirtes phosphorsaures Ammoniak mit 2 Pf. destillirtem Wasser übergiesst, zum Kochen erhitzt und, nachdem die Salze durch Umrühren mit einem Glasstabe sich aufgelöst haben, die Schaale sogleich in die Kälte setzt. Die nach zweitägigem Stehen ausgeschiedenen Krystalle werden auf einem Glastrichter gesammelt, die Mutterlauge aber, welche fast stets, und wie es auch mit der vom krystallisirten phosphorsauren Ammoniak der Fall, saure Reaction zeigt, muss vor dem Eindampfen mit Ammoniak übersättigt werden.

Digitized by Google

Man erhielt von den angewandten Materialien zwischen $1\frac{7}{16}$ bis $1\frac{9}{16}$ Pf., im Mittel $1\frac{1}{2}$ Pf. mikrokosmisches Salz.

Das phosphorsaure Ammoniak-Natron krystallisirt in farblosen, schief rhombischen Tafeln, schmeckt kühlend salzig, stechend, ist geruchlos, verwittert etwas an der Luft, verliert Wasser und auch etwas Ammoniak, löst sich in 6 Th. kalten und gleichen Gewichtstheilen kochenden Wassers auf, ist in Alkohol unlöslich. Seine Auflösung reagirt alkalisch; es schmilzt in der Hitze mit Aufbrausen, verliert sein Wasser und Ammoniak und hinterlässt eine klare farblose Perle von saurem phosphorsaurem Natron, die auch nach dem Erkalten noch klar bleibt, der Luft ausgesetzt aber feucht wird und zerfliesst. Das Salz kann durch Schwefelsäure und Chlor verunreinigt sein.

Chlornatron.

(Na O, Cl O) + Na Cl.

(Oxydirtsalzsaures Natron; Natrum chloratum; Chlorure de soude, Muriate de Soude oxygèné; Chloride of soda, Chlorinated Soda.)

Bekanntlich erhält man, wenn in eine verdünnte Auflösung von gereinigter Pottasche — 1 Pfund auf 4 Quart Wasser — so lange Chlor hineingeleitet wird, bis sich die alkalische Reaction um ein Bedeutendes vermindert hat und die Flüssigkeit bleichend wirkt, das sogenannte Bleich- oder Fleckwasser (*Eau de Javelle*). Wird bei einem übrigens gleichen Verfahren statt der Pottasche eine Auflösung von krystallisirtem kohlensaurem Natron — 2 Pf. auf 4 Pf. Wasser — verwendet, so erhält man sogenanntes flüssiges Chlornatron oder Labarraque'sche Bleichflüssigkeit (*Liqueur de Labarraque*); beide Flüssigkeiten enthalten unterchlorige Säure.

Man bereitet jetzt derartige Flüssigkeiten besser und bequemer, durch Niederschlagen einer Auflösung von Chlorkalk mit

Digitized by Google

kohlensaurer Kali — oder Natronsolution und Abfiltriren des Präcipitats. Farblose, schwach chlorartig riechende und dabei herbe alkalisch schmeckende Flüssigkeiten, welche Pflanzenfarben bleichen, und aus unterchlorigsaurem Kali und Chlorkalium, oder im anderen Falle aus der gleichartigen Natronverbindung und Chlornatrium bestehen.

Zu Ende der zwanziger oder zu Anfang der dreissiger Jahre wurde von mir die Anfertigung eines Chlornatrons in pulverförmiger Gestalt verlangt, welches zum medicinischen Gebrauch angewandt werden sollte, und wodurch der Arzt zu bezwecken suchte, das Chlor in dem Kranken selbst langsam zu entwickeln.

Darüber angestellte Versuche, trocknes Chlorgas in zerstossenes einfachkohlensaures Natron zu leiten, gelangen nicht; das Resultat der Arbeit war eine sehr concentrirte Flüssigkeit nebst körnigem weissem Bodensatze, welcher letztere meistens in Kochsalz bestand. Die Flüssigkeit enthielt, neben Kochsalz, allerdings chlorsaures und unterchlorigsaures Natron und roch stark nach Chlor, allein unter stetem Umrühren in einer porcellanenen Schaale im Sandbade zur Trockne gebracht, hatte das erhaltene Salz seine bleichende Eigenschaft gänzlich verloren.

Ein anderer Versuch gelang besser, und es wurde ein Präparat erhalten, welches den Wünschen der Aerzte auf das Vollkommenste entsprach. An der Luft zerfallenes kohlensaures Natron wurde zum feinsten Pulver abgesiebt, dieses in einer porcellanenen Reibschaale mit etwas destillirtem Wasser besprengt und gut vermischt. Dieses Pulver schüttete man in eine Flasche mit weiter Mündung, in welche vorher schon ein bis auf deren Boden reichendes Glasrohr gestellt und zu unterst in dasselbe ein kleiner Trichter fest hineingesteckt worden war. Der vorhin schon über das zweischenklige Glasrohr geschobene Kork wurde abwärts in die Flaschenmündung fest hineingedrückt und dieselbe alsdann mit dem Chlorentwickelungsgefässe, in welchem bereits ein Gemenge von Kochsalz und Braunstein sich befand, in Verbindung gebracht; hierauf verband man diese Flasche durch ein anderes zweischenkliges Glasrohr mit einer kleineren, in welche ebenfalls trocknes abgesiebtes Sodapulver gegeben wurde, das man indess nicht mit Wasser besprengt hatte. Die letzte oder kleine Flasche liess man offen, die grosse aber wurde mit Thonkitt verstrichen und

Digitized by Google

mit nassgemachter Blase verbunden, worauf man die erforderliche Menge Schwefelsäure in den Entwickelungskolben goss, auch die Mündung desselben gehörig verdichtete und eine Stunde lang das entwickelte Chlorgas durch die Soda streichen liess.

Nach dem Auseinandernehmen des Apparates fand man den Inhalt der grossen Flasche an manchen Stellen etwas feucht, zusammengebacken und stark nach Chlor riechend, während das Pulver der zweiten Flasche ziemlich trocken sich zeigte und entfernt chlorartig roch. Beide Pulver, in der porzellanenen Reibschaale mit einem reinen hölzernen Spatel gut gemischt, bildeten ein etwas feuchtes Pulver von schwachgelblichem Teint, welches fast das Ansehen eines 34- bis 36prozentigen Chlorkalks hatte. Dasselbe wurde in kleine Flaschen mit weiten Mündungen gegeben, dieselben verkorkt, verpicht und in das Magazin an einen trocknen, kühlen und dunkeln Ort gestellt.

Einige Zeit nachher, als ich das vorstehend beschriebene Präparat angefertigt hatte, las ich in Buchner's Repertorium f. d. Ph. — ich glaube, es war im 1. Heft des 31. Bandes — eine Abhandlung über die zweckmässigste Bereitung des trocknen Chlornatrons, von einem Herrn J. R. Schindler, welcher dieselbe Methode angewandt, die auch ich befolgt hatte.

Borax.

$$Na\ O + 2\ BO_3 + 10\ HO.$$

(Borsaures oder boraxsaures Natron; Natrium oxydatum boracicum, Natrum boracicum; Borate de soude; Borate of Soda, Borax.)

In einem geräumigen kupfernen oder auch in einem tiefen eisernen Kessel werden in 500 Th. kochenden Wassers 600 Th. krystallisirtes kohlensaures Natron aufgelöst (statt des krystallisirten Salzes wurde zuweilen eine dem Natrongehalte desselben entsprechende Menge ausgekochter Soda vom ersten oder zweiten

Digitized by Google

Ausschlage verwendet) und darauf nach und nach 500 Th. toskanische Boraxsäure, jedesmal in Quantitäten von 6 bis 8 Pf., hinzugesetzt, wobei ein heftiges Aufschäumen stattfindet, herrührend von frei gewordener Kohlensäure und Ammoniak. Nachdem alle Boraxsäure eingetragen worden ist, erhält man die Temperatur eine Weile nahe am Sieden, worauf der Kessel zugedeckt wird und man ganz allmählig abkühlen lässt.

Sobald die Lauge — nach 12, oft auch erst nach 18 bis 24 Stunden — sich vollkommen geklärt hat, wird sie durch einen in den Kessel gesetzten weiten bleiernen Heber in flache Krystallisationsgefässe geleitet, die aus zweizölligen Bohlen gefertigt und mit Blei ausgelegt sind; sie sind $4\frac{1}{2}$ bis 5′ lang im Lichten, $3\frac{1}{2}$ bis 4′ weit und 10 bis 12″ tief, haben, einer der vier Ecken zu, im Boden ein Loch, in welches ein kurzes, etwa $1\frac{1}{2}$″ weites Bleirohr eingesetzt ist, das durch einen langen Holzpflock zugestopft werden kann; die Krystallisirgefässe stehen auf einer starken, etwa 2 bis $2\frac{1}{2}$′ hohen gezimmerten Holzunterlage.

Dem im Kessel verbliebenen Rückstande, aus roher Boraxlauge, kohlensaurem Kalk, kohlensaurer Magnesia und Eisenoxyd bestehend, werden einige Eimer Wasser zugesetzt, worauf man erwärmt, die heisse trübe Brühe in einen mit Blei ausgefutterten hohen Bottich schöpft, den Kessel mit etwas Wasser nachwäscht und dieses Waschwasser dem Bottichinhalte beigibt.

Wenn nach 2 bis 3 Tagen die Krystallisation in den Kasten beendigt, d. h. die Lauge vollkommen erkaltet ist, zieht man die hölzernen Pflöcke heraus und lässt die Lauge in unter denselben stehende, ebenfalls mit Blei ausgelegte grössere Kasten ablaufen, deren je einer gross genug ist, die Lauge von zwei Krystallisirgefässen halten zu können; diese Behälter haben, nach einer ihrer vier Ecken zu, einen geringen Fall von etwa $\frac{3}{4}$ bis 1″, damit sämmtliche Lauge durch Hülfe eines Hebers abgezogen werden kann. Den in den Krystallisirgefässen angeschossenen Borax bringt man, nachdem die letzte Lauge durch die in deren Böden befindlichen Oeffnungen so ziemlich abgetröpfelt ist, auf die Weise am besten heraus, dass man mit einem dicken hölzernen Hammer an den Aussenwänden der Kasten umherklopft, wodurch der Borax zum grössten Theil abspringt; was sich auf diese Art nicht ablöst, wird mit dem Meissel losgebrochen, so namentlich am Boden,

Digitized by Google

wo das Salz am festesten aufsitzt, nur muss man sich in Acht nehmen, den Boden nicht mit dem Meissel zu durchstechen. Der ausgemachte Borax wird auf reinen weissen Körben gesammelt und dieselben werden oben auf die verbleierten Kasten gestellt. Wenn die noch anhaftende Lauge völlig abgetropft ist, wird der Borax — noch kein verkäuflicher Artikel — in Fässer gethan und zum Wiederauflösen bei Seite gestellt.

Die Lauge wird zurück in den Kessel gebracht und die in dem verbleieten Bottich, über dem unlöslichen Bodensatze stehende, klar abgehobene Flüssigkeit ebenfalls in denselben Kessel gegeben, worauf man anheitzt; wenn die Flüssigkeit fast den Siedepunkt erreicht hat, löst man auf's Neue 600 Th. krystallisirtes kohlensaures Natron darin auf und setzt alsdann 500 Th. Boraxsäure hinzu; im Uebrigen wird ebenso verfahren, wie das erste Mal.

Damit die Mutterlauge aus einigen Operationen der Rohsalzbereitung nicht zu sehr mit fremden Salzen (Glaubersalz u. s. w.) geschwängert werde, muss man suchen, den Borax durch zweckmässige Krystallisation möglichst daraus abzuscheiden. Um dies zu erreichen, dampft man die Mutterlauge in einem blankgescheuerten kleineren eisernen Kessel langsam und so weit ein, dass etwa $\frac{9}{10}$ davon verbleiben, worauf dieselbe in einem bleiernen Gefässe der Krystallisation unterworfen wird. Nach Beendigung derselben wird die Lauge zurück in den Kessel gegeben, das Salz ausgemacht, etwas mit Wasser gewaschen und eine Probe davon auf Schwefelsäure untersucht. Ist der Borax frei davon, dann wird mit der Lauge wie vorhin verfahren, und so fort, bis das Salz sich etwas schwefelsäurehaltig zeigt. Die jetzt verbliebene Lauge dampft man weiter auf $\frac{9}{10}$ ein, lässt sie im Kessel, verschliesst denselben mit einem Deckel und prüft den nächsten Tag die Temperatur der Lauge. Sobald dieselbe auf 33 bis 32 ° C. herabgesunken ist, zieht man die Lauge ab, bricht den (gefärbten) Borax aus, sammelt ihn auf einem über den Kessel gestellten Korbe, lässt die anhängende Lauge abtropfen und wäscht mit etwas Wasser, worauf derselbe zum Wiederauflösen bei Seite gestellt wird. Die letzte durch organische Substanzen bräunlich gefärbte Mutterlauge enthält, neben etwas Borax, den man aber als solchen nicht abzuscheiden vermag, vorzüglich Glaubersalz. Man thut am besten, diese Lauge mit etwas Schwefelsäure von 60 bis 62 ° B. zu versetzen, einige Tage stehen zu lassen, dann die ausgeschiedene

Digitized by Google

Boraxsäure auf einem Tuche zu sammeln (welche man zur Boraxbereitung wieder mit verwendet), die rückständige saure Lauge mit roher Sodalauge zu neutralisiren oder mit Kalkmilch die Säure abzustumpfen, dann, um damit aufzuräumen, zur Trockne einzudampfen und im Sodaofen, als Glaubersalz, mit zu verarbeiten.

Hat man sich eine gute Quantität Rohsalz verschafft, welche es der Mühe werth lohnt, hinter einander fort, auf reinen Borax zu verarbeiten, dann füllt man einen grossen, im Verhältniss mehr tiefen als weiten, blankgescheuerten eisernen Kessel zu etwa $\frac{3}{4}$ mit möglichst weichem Wasser an, und wenn dasselbe den Kochpunkt erreicht hat, löst man, unter Umrühren mit einem langen hölzernen Spatel, so viel von dem am wenigsten gefärbten rohen Borax, unter gleichzeitigem Hinzufügen von 5 Proc. krystallisirtem Natroncarbonat, darin auf, bis die Lauge 21 ° B. (= 1,169 spec. Gew.) zeigt.

Nahe über dem Boden des Kessels ist ein eisernes Rohr von 2″ im innern Durchmesser fest eingesetzt (eingeschroben) und mit Eisen ausserdem noch verdichtet, welches, mindestens 2′ lang, durch das Mauerwerk tritt. Ausserhalb des Mauerwerks ist in das Rohr ein eiserner Hahn fest eingeschroben, durch welchen die kochend heisse Lauge in 4′ hohe und 3′ 9″ oben weite mit Blei ausgefutterte Bottiche geleitet wird; diese sind mit dicken wollenen Decken und Stroh fest umwickelt und müssen so aufgestellt werden, dass sie vor jeder Erschütterung gesichert sind. Sobald man die Bottiche mit Lauge gefüllt hat, werden gefalzte, gut schliessende und inseits mit Blei belegte Deckel fest eingesetzt, und auch hier werden die Gefässe mit wollenen Zeugen und Stroh gut verwahrt, damit die Wärme so lange in der Flüssigkeit gehalten werde, als möglich, um nicht nur regelmässige, sondern auch grosse Krystalle zu erhalten. Die Lauge bleibt in den Bottichen 36 bis 48 Stunden stehen, oder die Krystallisation ist überhaupt vollendet, wenn die Temperatur in der Mitte der Flüssigkeit auf 25 ° C. herabgesunken ist; lässt man dieselbe weiter erkalten, dann wird der Borax unansehnlich und bekommt meist einen gelblichen Teint. Die Lauge wird nun so schnell als möglich mittelst weiter bleierner Heber abgezogen und in den Kessel zurückgebracht. Um diejenigen Antheile, welche die Heber nicht mehr erreichen konnten, herauszubringen, stellt man die Bottiche ein wenig schräg, damit die Lauge nach einem Punkte hin zusammenfliesse, von wo aus man

Digitized by Google

dieselbe mit einem kleinen porzellanenen oder irdenen Henkeltopfe bequem herausschöpfen kann. Was dennoch an Lauge zwischen den Krystallen hängen bleibt, tupft man mit Schwämmen auf, damit nicht etwa kleine Krystalle sich bilden und sich auf den grossen ansetzen. Sowie diese Arbeiten verrichtet sind, werden die Deckel gleich wieder aufgelegt und mit den Decken wieder bedeckt, um die Krystalle langsam erkalten zu lassen, ehe sie ausgebrochen werden. Wird solches versäumt und erkalten dieselben zu schnell, dann erhalten sie zu leicht Risse und Sprünge.

Wenn die Temperatur im Bottich zu der der Luft herabgesunken ist, wird das Salz in Stücken herausgenommen; man legt die Stücke auf einen nebenstehenden Tisch und bricht die einzelnen Krystalle von einander. Krystalle, welche fest und nicht zu klein sind, legt man in hölzerne Siebe mit weiten Maschen und lässt die denselben anhängenden körnigen und pulverigen Theile durchfallen. Das verkäufliche Salz wird, wenn auf den Sieben abgetrocknet, in das Magazin abgegeben, das feinere gelegentlich wieder mit aufgelöst.

Der im Kessel befindlichen Lauge wird Wasser zugesetzt, zum Kochen gebracht und wiederum roher Borax in derselben bis zu einer Stärke von 21 ° B. aufgelöst, worauf man ebenso verfährt, wie das erste Mal. Die gefärbten Salze werden später in der Lauge aufgelöst, und zwar die weniger gefärbten früher als diejenigen, welche eine dunkelere Farbe besitzen, und da wird es dann nöthig, der Auflösung etwas Knochenkohle in linsengrossen Stücken zuzusetzen und einmal damit aufwallen zu lassen, worauf man den Kessel mit dem Deckel verschliesst, absetzen lässt und später die Lauge vom Bodensatze abzieht.

Beim Auflösen neuer Quantitäten von rohem Borax hat man stets 4 bis 5 Proc. krystallisirte Soda wieder mit zuzusetzen.

Sollten die späteren Anschüsse gefärbt erscheinen, so müssen diese natürlich nochmals in reinem Wasser gelöst und umkrystallisirt werden, oder man hebt einen solchen Borax auf, um ihn beim Auflösen von später zu gewinnendem Rohsalz mit zuzusetzen.

Der Borax krystallisirt in farblosen, durchsichtigen, schief rectangulären und unregelmässig sechs- und achtseitigen Säulen, mit zwei- bis vierflächiger Zuspitzung, hat ein sp. G. von 1.705,

Digitized by Google

schmeckt süsslich, alkalisch und reagirt schwach alkalisch, verwittert oberflächlich und wird dadurch weisslich, löst sich in 2 Th. kochenden und 12 Th. kalten Wassers auf. In der Hitze zerfliesst derselbe in seinem Krystallwasser, bläht sich auf und bleibt als eine lockere schwammige Masse zurück. (Gebrannter Borax; Borax usta; Borax calciné; Calcined Borax.) Wird derselbe noch stärker erhitzt (300° O.), so wird er weich, teigartig und schmilzt in der Rothglühhitze zu einem durchsichtigen, ungefärbten Glase (Boraxglas), welches an der Luft allmählig Wasser anzieht, rissig und staubig wird, sich aber in Wasser langsam wieder auflöst.

Der Borax muss weiss, nicht schmutzig und nicht gelb gefärbt sein, darf auf glühende Kohlen geworfen nicht knistern. Die Auflösung desselben darf durch kohlensaures Kali oder Natron nicht getrübt werden; sie gibt mit Barytsolution einen Niederschlag, der sich aber auf Zusatz von Salpetersäure und Wasser vollkommen auflösen muss, mit Silber- und Bleiauflösung entstehen Niederschläge, die durch hinzugefügte Salpetersäure gleichfalls wieder verschwinden müssen; mit Blutlaugensalz darf nicht die geringste Färbung hervorgebracht werden, so auch nicht durch hydrothionsaures Ammoniak. Der Borax soll hin und wieder mit zerschlagenen Alaunkrystallen oder mit Steinsalz verfälscht vorgekommen sein.

Borax, Alaun und Seignettesalz haben in ihrem Aeussern viel Aehnlichkeit, unterscheiden sich dennoch, schon auf die Zunge gebracht, wesentlich von einander; während Borax alkalisch schmeckt der Alaun süsslich zusammenziehend, dahingegen Seignettesalz einen mildsalzigen und kühlenden Geschmack besitzt. In der Hitze zerfliessen alle drei in ihrem Krystallwasser, in grösserer Hitze blähen Borax und Alaun sich zu einer weissen schwammigen Masse auf; der Rothglühhitze ausgesetzt, schmilzt der Borax zu einem durchsichtigen Glase, während entwässerter Alaun nicht in Fluss gebracht werden kann. Das in seinem Krystallwasser zerflossene Seignettesalz wird wieder fest, schmilzt in stärkerer Hitze, wird schwarz, zersetzt sich gleich dem weinsteinsauren Kali und hinterlässt eine kohlige Masse.

Der Kesselansatz für jede Operation zur Bereitung von rohem Borax bestand in 720 Pf. krystallisirtem kohlensaurem Natron und 600 Pf. italienischer Boraxsäure, und es wurden während 13 Mo-

Digitized by Google

naten 25,000 Pf. der Säure auf Borax verarbeitet. Drei Kesselansätze wurden ganz genau zu einer Selbstkostenberechnung ausgearbeitet und man erhielt nachstehendes Resultat.

2,160 Pf. krystallisirtes kohlensaures Natron,
1,800 „ Boraxsäure,
110 „ krystallisirtes kohlensaures Natron, beim Wiederauflösen des rohen Borax,
10 Tage Arbeitslohn,
16.000 Pf. Braunkohle,
Generalia 8 Proc.

Erhalten:

2358 Pf. reinen weissen Borax,
117 „ weissen Borax, sehr geringe Menge Glaubersalz enthaltend,

im Ganzen 2475 Pf. verkäuflichen Borax,
160 „ krystallisirtes Glaubersalz,
das ist für 100 „ Boraxsäure = 137½ Pf. Borax.

Ameisensaures Natron.

$Na\,O + C_2\,HO_3$ oder $Na\,O + \bar{F}$.

(Natrium oxydatum formicicum, Natrum formicicum; Formiate de soude, Formiate of soda.)

Dieses Präparat sowohl, als dessen Säure, wurde von mir nach der in den dreissiger Jahren von Döbereiner in Liebig's Annalen der Pharmacie mitgetheilten Methode bereitet.

1 Pf. weisser Zucker wurde in 2 Pf. Wasser aufgelöst und die Auflösung in eine grosse Tubulatretorte, mit angelegtem tubulirtem Kolben, gegossen, worauf man 3 Pf. pulverisirten Braunstein zusetzte, das Gemenge bis auf etwa 60° C. erwärmte und dann eine Mischung von 3 Pf. conc. Schwefelsäure und 3 Pf. Wasser in

Digitized by Google

kleinen Portionen hinzufügte; diese Vorsicht ist deshalb zu beobachten, weil die Masse sehr stark schäumt und sonst zu befürchten steht, dass sie in die Vorlage übersteige. Sobald aus dem Tubulus der Retorte ein stechender Geruch nach Ameisen sich entwickelte, verkorkte man denselben, goss die übrige Säure periodenweise nach und verkittete mit steifer Mehlpaste, worauf noch mit Blase verbunden wurde; hierauf verstärkte man das Feuer und destillirte zur Trockne. Das erhaltene trübe Destillat, mit einer oben auf schwimmenden hellbraunen Oelschicht, wurde in eine Stöpselflasche gegeben und bei Seite gestellt. Am nächstfolgenden Tage wurde eine andere Quantität Säure aus ganz gleichen Gewichtsmengen der Materialien bereitet. Die Produkte aus beiden Operationen wurden mit reinem krystallisirtem kohlensaurem Natron gesättigt, wovon man $1\frac{5}{6}$ Pf. gebrauchte. Die filtirte Flüssigkeit brachte man in eine porcellanene Schaale, rührte etwas gröblich gepulverte Holzkohle unter und stellte $\frac{1}{2}$ Stunde ins warme Sandbad, worauf sie wieder filtrirt und der Filterinhalt mit etwas Wasser nachgespühlt wurde. Man gab die klare Flüssigkeit in die reingewaschene Schaale zurück und verdunstete sie unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel bei gelinder Wärme zur Trockne; das erhaltene Salz wurde noch warm in ein Glas gegeben, dieses gut verkorkt und mit Blase verbunden.

Man erhielt $1\frac{1}{4}$ Pf. ameisensaures Natron, als ein weisses, krystallinisches, kühlendsalzig schmeckendes und geruchloses Pulver, welches an der Luft leicht Feuchtigkeit anzieht und zerfliesst, und in Wasser sehr leicht löslich ist, so auch in Alkohol, doch in letzterem etwas schwerer. Seine Auflösung reagirt neutral; in der Hitze schmilzt es und bei höherer Temperatur wird es unter Hinterlassung von kohlensaurem Natron und Kohle zersetzt.

Dasselbe kann Schwefelsäure, Chlor und möglicherweise auch Essigsäure enthalten; die ersten beiden von der angewandten Soda, die letztere von der Ameisensäure herrührend und mit derselben gleichzeitig gebildet.

Digitized by Google

Essigsaures Natron.

$$Na\,O,\ C_4\,H_3\,O_3 + 6\,HO = Na\,O,\ \bar{A} + 6\,HO.$$

(Essigsaures Mineralalkali, Krystallisirbare Blättererde, Essigsoda; Natrium oxydatum aceticum, Natrum aceticum, Alkali minerale acetatum, Terra foliata tartari crystallisabilis, Soda acetata; Acétate de soude, Terre foliée de tartre cristallisable; Acetate of soda.)

Zu 100 Pf. reiner Essigsäure von einem spec. Gew. = 1,045, welche in zwei grosse irdene Töpfe vertheilt, setzt man unter Umrühren mit einem reinen hölzernen Spatel so lange zerriebene reine krystallisirte Soda hinzu, bis kein Aufbrausen mehr entsteht und die saure Reaction verschwunden ist. Die Flüssigkeit wird mit etwas Essigsäure angesäuert, wenn nöthig filtrirt und im silbernen Kessel über gelindem Feuer bis zur Hälfte eingedampft, worauf sie, in irdene Schüsseln gefüllt, an einem kühlen Orte einige Tage der Ruhe überlassen wird. Die über den angeschossenen (und auf gläsernen oder irdenen Trichtern zu sammelnden) Krystallen stehende Lauge wird, wenn nöthig, mit etwas Essigsäure angesäuert, wiederum zur Krystallisation verdunstet, und diess so oft wiederholt als noch Krystalle anschiessen.

Das erhaltene Salz wird auf mit Papier belegten Horden an einem luftigen Platze getrocknet, was aber auch, jedoch mit Vorsicht, in einem sehr gelinde erwärmten Raume geschehen kann, und im letzteren Falle hat man dasselbe einigemal mit den Händen oder einem reinen Spatel umzuwenden; nach dem Trocknen wird das Salz in Flaschen gegeben, und an einem trocknen, kühlen Orte aufbewahrt.

Die rückständige Mutterlauge wird, um sie nicht umherstehen zu haben, am besten der Lauge des ordinären essigsauren Natrons beigegeben; hievon wird weiter unten die Rede sein.

Wenn es darauf ankommt sehr grosse Krystalle zu bekommen, gibt man der Lauge eine sehr schwache alkalische Reaction, wodurch zugleich die Krystallisation befördert wird. Von 100 Pf. Essigsäure und 98 $\frac{3}{4}$ Pf. krystallisirtem kohlensaurem Natron erhielt man 83 $\frac{3}{4}$ Pf. krystallisirtes essigsaures Salz.

Man kann das essigsaure atron auch durch Zersetzung des essigsauren Bleioxydes mittelst reinem Glaubersalz oder, was noch

Digitized by Google

besser ist, aus essigsaurem Bleioxyd und kohlensaurem Natron und ganz auf die beim gleichnamigen Kalisalze angegebene Weise bereiten.

Das essigsaure Natron krystallisirt in farblosen, durchsichtigen, gestreiften, schiefen rhombischen Säulen, schmeckt angenehm salzig, kühlend, verwittert an warmer Luft, löst sich in 4 Th. Wasser von 7,5° C. und in weniger als gleichen Theilen bei 100° auf; es ist auch in Alkohol in der Wärme auflöslich, jedoch weniger leicht als das essigsaure Kali. Das essigsaure Natron ist zu prüfen: auf Kohlensäure, Schwefel- und Salzsäure, Eisen, Blei, Zinn u. s. w.

Rothsalz. Unter diesem Namen wird eine geringere Sorte des essigsauren Natrons verstanden, welches man in Färbereien zur Darstellung der sogenannten Rothbeitze gebraucht. Man erhält ein solches Salz durch Sättigung des Schnellessigs oder des Holzessigs mit Natron, wozu von jener Mutterlauge recht gut verwendet werden kann, die beim Ausfallen des Salzes aus eindampfender Rohsodalauge verbleibt (— in Fabriken nämlich in denen man die Soda noch auskocht —) und welche, neben kohlensaurem Natron, Schwefelnatrium, etwas Glauber- und Kochsalz enthält. Man erhält eine solche Lauge auch, wenn die Rohlauge zur Krystallisation eingekocht wird, nach dem Auskrystallisiren des kohlensauren Natrons.

1479 Quart Schnellessig wurden in drei Malen in einem grossen Bottich, unter Umrühren mit einem langen, hölzernen Spatel, so lange mit Sodamutterlauge versetzt — wozu man 17 Eimer oder 714 Pf. derselben verbrauchte — bis die Flüssigkeit noch eine deutlich saure Reaction zeigte; während des Absättigens hat man sich vor dem Einathmen des Schwefelwasserstoffgases in Acht zu nehmen, das nicht unbeträchtlich dabei entwickelt wird.

Nach 2 bis 3 stündigem Stehen lässt man die Lauge im Filtrirbottich durch groben Kies und etwas Kohle laufen und kocht dieselbe bei mässigem Feuer in einem flachen eisernen Kessel oder in einer Pfanne so weit ein, bis sie eine Dichtigkeit von 32 bis 34° B. erhalten hat oder bis eine herausgenommene und zum Erkalten bei Seite gestellte Probe alsbald Krystalle

Digitized by Google

zeigt. Sobald die Lauge diesen Grad von Concentration erreicht hat, entfernt man das Feuer, lässt die Heitzthür offen, zieht die Lauge mit einem Heber ab, und leitet sie in einer Rinnenfahrt in bleierne Pfannen oder in mit Blei ausgelegte hölzerne Kasten, die unter einem Schuppen auf einer etwa 2 bis 2½′ hohen Unterlage aufgestellt sind.

Wenn nach einigen oder nach mehreren Tagen — je nach der Temperatur der Luft — die Krystallisation beendigt ist, wird das Salz auf Körbe geschlagen, die Lauge durch Heber abgelassen und in den Kessel zum weiteren Eindampfen zurückgegeben; sollte sie vollkommen neutrale Reaction zeigen, so mache man sie, aus den obenangeführten Gründen, durch einen geringen Zusatz von kohlensaurem Natron schwach alkalisch. Bei dem Streben, grosse Krystalle von solchen Salzen zu erhalten, welche nicht viel Wasser zu ihrer Auflösung verlangen, hat man auch den Vortheil, dass, auf Trichtern, Körben u. dgl. gesammelt, von ihnen die anhängende Lauge leichter und schneller abzieht, als von kleinen Krystallen.

Die abermals zum Krystallisationspunkte eingedampfte Lauge wird zum Erkalten wieder zurück in die Pfannen gegeben und die Operation des Eindampfens und des Krystallisirens so oft wiederholt, als die Krystalle nicht zu dunkel gefärbt sind. Die braune Mutterlauge wird, wenn frische Mengen Essigs neutralisirt werden, wieder mit verarbeitet, und wenn nach mehreren Operationen oder Ansätzen dieselbe zu dunkel erscheint, so dampft man sie im Kessel langsam ein. Sobald sie anfängt dicklich zu werden, setzt man eine bestimmte Menge Holzkohlenpulver hinzu und trocknet sie unter stetem Umrühren mit einem hölzernen oder eisernen Spatel zu einer bröcklichen Masse aus, die man später in einer Blase durch Schwefelsäure, zur Gewinnung von Essigsäure zersetzt.

Das so dargestellte essigsaure Natron ist von mehr oder weniger gelblicher Farbe, und manche Färber ziehen dasselbe einem ungefärbten Artikel vor, Warum? ist mir unbekannt geblieben. Dass dieses ordinäre essigsaure Natron kein reiner Artikel ist, sondern etwas Schwefelsäure, Chlor und organische Substanzen enthält, ist aus den Materialien, welche zu seiner Darstellung verwendet worden, leicht zu folgern; nur muss das-

Digitized by Google

selbe frei sein von Schwefelverbindungen, weshalb man bei der Absättigung des Essigs mittelst jener rohen Sodalauge, die Säure etwas prädominiren lässt und erst nach dem Filtriren derselben, durch Kies und Kohle sie etwas alkalisch macht.

Andere Färber weisen das gelblich gefärbte Rothsalz zurück und verlangen ein weisses; ein solches wurde durch Zersetzung des essigsauren Kalks mittelst Glaubersalz erhalten.

830 Quart Schnellessig wurden in einer eisernen Pfanne schwach erwärmt, worauf man nach und nach und, unter stetem Umrühren mit einem breiten Holzspatel, dünnen Kalkbrei bis zur Neutralisation hinzufügte; es wurden dazu 95 Pf. gebrannter Kalk verbraucht. Nachdem die Lauge sich geklärt hatte, wurde sie abgehoben und in zwei grosse Bottiche vertheilt, der Rückstand in der Pfanne aber auf einem Spitzbeutel gesammelt und die durchgehende Flüssigkeit gleichfalls in einen der Bottiche gegeben. Der in den Bottichen enthaltenen Lauge wurde eine concentrirte Auflösung von Glaubersalz unter tüchtigem Umrühren zugesetzt, um den essigsauren Kalk zu zersetzen, wozu 410 Pf. rohes krystallisirtes Glaubersalz erforderlich waren. Da nun aber das schwefelsaure Natron den essigsauren Kalk nicht vollständig zersetzt, selbst wenn dasselbe im Ueberschuss zugesetzt wird, fügte man zu Ende der Arbeit noch kohlensaure Natronauflösung hinzu, welche 6 Pf. des Salzes enthielt. Die trüben Laugen liess man zum Absetzen des schwefelsauren Kalkes ruhig stehen; nach dem Abklären zog man die Flüssigkeit von beiden Bottichen ab, goss sie zurück in die reingewaschene Pfanne, gab den breiigen Rückstand in den Bottichen auf den Filtrirbottich, damit die anhängende Lauge abfliesse und wusch dann mit etwas Wasser nach; auch diese Flüssigkeiten wurden in die Pfanne gegeben, und darauf wurde zum Abdampfen angefeuert.

Den während des Abdampfens sich abscheidenden Gyps zieht man mit einer Krücke zusammen, schlägt ihn aus, und wenn die Flüssigkeit die angegebene Stärke von 32 bis 34 ° erreicht hat, wird das Feuer entfernt und die Lauge in die bleiernen Pfannen zum Krystallisiren abgelassen. Das weitere Verfahren ist dasselbe, wie bei dem gelben Rothsalze beschrieben worden.

Digitized by Google

Es wurden aus obigen Mengen von Essig, Kalk, Glaubersalz und Soda, 295 Pf. gutes, weisses essigsaures Natron gewonnen, welches eine sehr geringe Menge Glaubersalz enthielt.

Die durch das eine oder das andere Verfahren erhaltenen Krystalle werden auf Horden oder auf grossen mit grober (Pack-) Leinwand überzogenen hölzernen Rahmen an einem luftigen Orte getrocknet. Das Salz wird in, mit Papier ausgelegte, Fässer verpackt.

Bernsteinsaures Natron.

$Na\ O, + C_4\ H_2\ O_3$ oder $Na\ O + \overline{S}$.

(Natrium oxydatum succinicum, Natrum succinicum; Succinate de soude; Succinate of soda.)

In einer, ins Sandbad gestellten, geräumigen porcellanenen Schaale wurden 6 Pf. reines krystallisirtes kohlensaures Natron in 8 Pf. heissen destillirten Wassers aufgelöst und unter stetem Umrühren mit einem Glasstabe so lange feinzerriebene gereinigte Bernsteinsäure in kleinen Mengen hinzugesetzt, bis die Flüssigkeit vollkommen neutral reagirte, wozu man $2\frac{5}{6}$ Pf. verbrauchte. Die etwas trübe Flüssigkeit wurde filtrirt, in die reingewaschene Schaale zurückgegeben, im Sandbade zum Krystallisationspunkte eingedampft und darauf an einen kalten Platz gestellt. Die nach 24 Stunden angeschossenen Krystalle sammelte man auf einem gläsernen Trichter, bespritzte sie mit etwas Wasser, dampfte die Flüssigkeit so weit wieder ein, wie das erste Mal, und liess krystallisiren. Die Operationen des Eindampfens und Krystallisirens werden so lange wiederholt, als noch vollkommen weisse Krystalle anschiessen. Nahe dem Ende der Arbeit zu färbt sich das Salz mehr oder weniger gelb, und dann ist es nöthig, dasselbe in der mit etwas Wasser verdünnten Mutterlauge wieder aufzulösen, die Auflösung mit frischgebrannter und mit etwas Salzsäure behandelter Knochenkohle zu digeriren, die filtrirte Auflösung zum

Digitized by Google

Krystallisationspunkte einzudampfen und kalt zu stellen. Nachdem man hier die grösstmöglichste Menge Salz erhalten hat, wird das Wenige der zurückgebliebenen Mutterlauge, unter Umrühren mit einem Glasstabe, in der Schaale eingetrocknet und der nächsten Bereitung des Präparats mitzugesetzt.

Aus den angewandten 6 Pf. krystallisirter Soda und $2\frac{5}{16}$ Pf. krystallisirter Bernsteinsäure wurden $3\frac{1}{2}$ Pf. krystallisirtes bernsteinsaures Natron erhalten. Dasselbe bildet farblose rhombische Säulen und Blätter, schmeckt erwärmend, etwas bitterlich, erfordert vier Theile Wasser zu seiner Auflösung, und ist zu prüfen auf kohlensaures Natron, Schwefelsäure, Oxalsäure.

Schwefelbaryum.

Ba S.

(Einfaches Baryumsulphuret; Baryum sulphuratum; Sulfure de barium; Sulphuret of barium.)

Das Schwefelbaryum, dessen man sich (wohl in den meisten Fabriken) direkt und indirekt zur Darstellung sämmtlicher Barytpräparate bedient, habe ich auf zweifache Art mir verschafft; einmal, indem 4 Th. gepulverter Schwerspath mit 1 Th. gepulverter Holzkohle gemengt und das Gemenge in irdenen Töpfen geglüht wurde, oder aber indem man 1 Th. Schwerspathpulver nur mit $\frac{1}{10}$ Th. Holzkohle mengte und, mit Lein- oder Rübsaammen-Oel versetzt, faustdicke Kugeln daraus formte, die gleichfalls einer starken Hitze ausgesetzt wurden. Wenn gleich nun bei dem letzten Verfahren jedes Schwerspaththeilchen durch das Oel in nähere Berührung mit der Kohle gebracht wird und dadurch die Zersetzung des Schwerspaths besser und vollkommener von statten geht als auf die erste Art, so bleibt dennoch auch hier immer etwas Sehwerspath unzersetzt, und ausserdem ist noch in Erwägung zu ziehen, dass dieses Verfahren in ökonomischer Be-

Digitized by Google

ziehung dem andern nachsteht, da das Oel — theurer als die grössere Menge Kohle dort — sowie Zeit verloren geht und mehr Arbeitslohn verausgabt wird.

400 Pf. gemahlener und fein abgesiebter Schwerspath werden mit 100 Pf. feinem Holzkohlenpulver innig gemengt. Das Gemenge wird in 12 unglasirte irdene Töpfe (sogenanntes gelbes oder rothes Zeug) fest eingedrückt, in jeden Topf eine dünne Schicht Kohlenpulver oben aufgelegt und derselbe mit einem, in der Mitte mit einem etwa $\frac{1}{2}$- bis $\frac{5}{8}$zölligen Loche versehenen irdenen Deckel bedeckt, worauf man die Fugen zwischen Topf und Deckel mit Lehm verstreicht; ehe die Töpfe gefüllt werden, legt man um den Rand eines jeden einen Eisendraht. Nachdem der Lehm angetrocknet ist, werden die Töpfe in den Ziegel-, Kalk- oder Töpferofen oder auch wohl in den Calcinirofen, und hier aufeinander gestellt, eingesetzt; die Masse wird nach und nach bei Weissglühhitze gebrannt. Sobald der Ofen sich so weit abgekühlt hat, dass man darin handtieren kann, werden die Töpfe herausgenommen und deren Oeffnungen mit Stöpseln aus Holz oder aus Lehmsteinen oder lufttrocknen (d. i. nicht gebrannten — weil das zu mühsam sein würde —) Backsteinen geschnitten, verstopft und darüber mit der Kelle etwas Lehm gestrichen. Nach dem vollständigen Abkühlen nimmt man die Masse, welche der Mitte zu meistens ein lockeres Pulver bildet, an den Seiten aber öfters zusammengebacken, jedoch leicht zerdrückbar ist, heraus und verarbeitet sie für irgend ein Barytpräparat; oder man kann dieselbe auch in den mit Lehmüberzug vor Luftzutritt verwahrten Töpfen an einem nicht feuchten, wo möglich warmen — jedoch nicht auf zu lange Zeit — aufbewahren.

Aus obigem Gemenge erhielt man 290 Pf. Schwefelbaryum.

Schwefelbaryum ist ein röthlichgelbes Pulver; frischbereitet geruchlos, entbindet aber beim Stehen an der Luft Schwefelwasserstoffgas, löst sich in kochendem Wasser, wobei es sich zersetzt — wahrscheinlich in Ba S + HS, in Ba O + 3 Ba S und Ba O.

Digitized by Google

Chlorbaryum.

Ba Cl + 2 HO.

(Salzsaurer Baryt, Salzsaure Schwererde; Baryum chloratum, Baryta muriatica, Terra ponderosa salita; Chlorure de barium, Hydrochlorate ou Muriate de baryte; Chloride of barium, Hydroch. or Mur. of baryta.)

Einen grossen, unter freiem Himmel stehenden Bottich fülle man mit etwa 20 bis 22 Eimer (240 bis 270 Quart) destillirtem oder Regenwasser zur Hälfte an und füge darauf 200 Pf. Schwefelbaryum hinzu. Während ein Arbeiter ein rechtwinkliges Rührholz ununterbrochen nach allen Seiten in dem Bottich hin und her zieht, trägt ein anderer das Schwefelbaryum nach und nach ein, worauf derselbe so lange schwefelsäurefreie Salzsäure (m. s. bei dem Artitel »Salzsäure«) in kleinen Portionen hinzusetzt, bis kein starkes Aufbrausen mehr stattfindet und Curcumapapier von der Flüssigkeit nur noch schwach braun gefärbt wird; es wurden von 155 bis 180 Pf. Salzsäure zu 17° B (= 1.130 sp. G.) verbraucht, je nachdem der Schwerspath mehr oder weniger zersetzt war. Wenn man beim Eintragen des Schwefelbaryums in das Wasser nicht fortwährend umrührt, so ballen sich steinharte Klumpen zusammen, die der Einwirkung der Säure lange widerstehen; auch darf man dasselbe deshalb nicht gleich vollständig zersetzen, damit die den Schwerspath begleitenden Metalle, vorzüglich Eisen, als Schwefelmetalle ausgeschieden bleiben.

Man hat sich vor dem Einathmen des in sehr grosser Menge aus dem Bottich emporsteigenden Schwefelwasserstoffgases in Acht zu nehmen, und ist es mir einigemal vorgekommen, dass Arbeiter, die zufällig dem Luftzuge entgegenstanden, augenblicklich niederstürzten, weshalb ich bei allen derartigen Arbeiten, wo Schwefelwasserstoffgas in grossen Mengen entwickelt wird, späterhin stets mit Wasser angerührtes Magnesiahydrat, Aetzammoniak und verdünntes Chlorwasser zur Hand hatte.

Die erhaltene Flüssigkeit wird sogleich durch Spitzbeutel filtrirt und in einen reinen Bottich gegeben, worin man sie mit noch so viel Salzsäure zersetzt, bis die alkalische Reaction gänzlich verschwunden ist. Diese neutrale Lauge wird, wenn, was hin und wieder nöthig ist, zum zweiten Male filtrirt, in einer bleiernen

Digitized by Google

Pfanne bis zum Krystallisationspunkte verdunstet und darauf in grosse irdene Schüsseln gefüllt, an einen kühlen Platz gestellt. Nach einigen Tagen werden die angeschossenen Krystalle auf irdene oder gläserne Trichter gebracht, wozu man sich zersprungener Säureballons bedienen kann (von denen man mittelst eines glühenden Eisens die Böden abgesprengt hatte), die man umgekehrt auf hölzerne Rahmen stellt und in deren Hälse gebrannte Thonstöpsel oder grosse Glasstöpsel gelegt werden, damit die Krystalle nicht durchfallen, die anhängende Lauge aber abtropfen kann. Die Lauge dampft man in der bleiernen Pfanne auf's Neue zur Krystallisation ein und fährt damit so lange fort, als beim Erkalten derselben noch tafelförmige Krystalle sich ausscheiden.

In den letzten Anschüssen wird man die das Chlorbaryum charakterisirenden Tafeln mit nadelförmigen Krystallen untermengt finden, welche den übrigen Krystallisationen nicht beigegeben werden dürfen. Man trocknet diese letzten Anschüsse, zerreibt sie zu einem gröblichen Pulver, schüttet dasselbe in eine Flasche mit enger Mündung, übergiesst es mit Alkohol, verkorkt und lässt 1 bis 2 Tage stehen, während welcher Zeit die Flasche öfters umgeschüttelt wird. Der Alkohol löst das Chlorstrontium (die nadelförmigen Krystalle) und möglicherweise etwas Chlorcalcium auf, während Chlorbaryum als in Alkohol unauflöslich zurück bleibt. Die geistige Auflösung wird von dem unaufgelösten Chlorbaryum durch Filtriren getrennt, mit etwas Alkohol nachgewaschen und für weitere Zwecke bei Seite gestellt.

Der sämmtlich erhaltene salzsaure Baryt mit Einschluss desjenigen, welcher nach seiner Behandlung mit Alkohol als unauflöslich zurück blieb, wird im zinnernen Kessel oder Pfanne in $1\frac{3}{4}$ bis höchstens 2 Th. destillirten Wassers, unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel, in der Wärme aufgelöst, im Spitzbeutel durch aschenfreies Kohlenpulver filtrirt, darauf, in grossen irdenen Schüsseln vertheilt, im Sandbade zur Krystallisation eingedunstet und dann in die Kälte gestellt.

Kommt es darauf an oder wünscht man — das Salz in grossen Krystallen zu erhalten, dann setzt man dem Inhalte jeder Schüssel — 12 bis 16 Quart Flüssigkeit enthaltend — unter Umrühren mit einem Glasstabe 1 Unze reine Salzsäure hinzu, und dampft so weit im Sandbade ein, bis auf der Flüssigkeit, den Seiten der Schüsseln zu, stellenweise hautartige Punkte sichtbar

Digitized by Google

werden. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann entfernt man entweder ganz und gar das Feuer oder man legt auf den hinteren, nicht so warmen Theil des Sandbades erwärmte Backsteine und stellt die Schüsseln auf diese, um dem Salze Zeit zu lassen, langsam aus der warmen, gesättigten Auflösung sich abzuscheiden, durch welches Verfahren einzig nur sehr grosse Chlorbaryum-Krystalle gebildet werden können; mir ist es auf diese Weise gelungen, Krystalle von 1 bis 1¼ Zoll Länge zu erhalten. Haben sich die Krystalle in den Schüsseln dergestalt angehäuft, dass letztere damit wie durchwachsen erscheinen, dann wird die lauwarme Flüssigkeit in irdene Geschirre abgegossen, das Salz auf Glastrichtern gesammelt und mit destillirtem Wasser bespritzt, um die anhängende Säure zu entfernen. Die rückständige mit dem Waschwasser versetzte Lauge wird im Sandbade weiter verdunstet und entweder wieder, wie angegeben, in der Wärme oder an einem kühlen Orte krystallisirt.

Hat man die Lauge mehrmals zur Krystallisation befördert gehabt und hinterbleiben etwa noch 4 bis 6 Quart Flüssigkeit, dann thut man wohl, dieselbe mit der Hälfte reinen Wassers zu verdünnen, im Sandbade zu erwärmen und mit kohlensaurem Baryt im geringen Ueberschuss zu versetzen, worauf filtrirt und zur Krystallisation eingedampft wird. Sollten sich in den letzten Anschüssen einige nadelförmige Krystalle von salzsaurem Strontian befinden, dann muss das Salz mit Weingeist behandelt werden, und kann man sich dazu der oben erhaltenen und zurückgestellten geistigen Auflösung bedienen. Um das Chlorstrontium aus der geistigen Auflösung zu erhalten, wird dieselbe in eine Retorte gegeben, etwas Wasser hinzugesetzt und der Alkohol abdestillirt, worauf die in der Retorte verbliebene Flüssigkeit filtrirt und zur Krystallisation eingedunstet wird.

Sämmtliche Krystalle werden auf mit Papier belegten Horden an einem luftigen Platze getrocknet. Man erhielt von 200 Pf. Schwefelbaryum zwischen 152 bis 160 Pf. krystallisirtes Chlorbaryum. Den beim Zersetzen der geglühten Masse durch Salzsäure sich abscheidende Schwerspathn, welcher nicht in Schwefelbaryum verwandelt worden war, kann man sammeln und ihn zu einer neuen Glühung mit Kohle aufheben; ein Gleiches geschieht bei den übrigen Barytpräparaten, welche direkt aus dem Schwefelbaryum bereitet werden.

Digitized by Google

Chlorbaryum krystallisirt in farblosen, durchsichtigen, vierseitigen, an den Ecken meistens abgestumpften Tafeln, schmeckt bitterlich, scharf, bewirkt Uebelkeit und Erbrechen, ist luftbeständig, löst sich in $2\frac{1}{2}$ Th. kaltem und weniger als $1\frac{1}{3}$ Th. kochendem Wasser, nicht in starkem Alkohol; in der Hitze verändert es sich, unter Ausgabe seines Krystallwassers, in eine weisse Masse um, und schmilzt in noch höherer Hitze, ohne zersetzt zu werden, zu einer klaren Flüssigkeit. Chlorbaryum ist auf Chlorcalcium, dessen Gegenwart zum Theil schon durch sein Feuchtwerden an der Luft angedeutet wird, auf Chlorstrontium, Eisen, Magnesia, Kupfer zu prüfen.

Aetzbaryt.

Ba O, HO + 8 HO, oder Ba O + 10 HO.

(Baryumoxyd, Baryt, Schwererde; Baryum oxydatum purum, Baryta caustica, Terra ponderosa; Baryte caustique, Baryte hydratée cristallisée; Caustic baryta.)

Man stellt den Aetzbaryt durch Behandlung des Schwefelbaryums mit Kupferoxyd oder durch Glühen des salpetersauren Baryts für sich, oder auch durch Glühen desselben Salzes mit Eisenfeile dar, sowie es noch einige andere Methoden gibt, denselben zu bereiten. Meistens habe ich für die Gewinnung des ätzenden Baryts Schwefelbaryum angewandt, aber auch versucht, denselben aus dem salpetersaurem Salze, sowohl ohne, als mit Zusatz von Eisen, abzuscheiden.

Den salpetersauren Baryt allein für diesen Zweck zu glühen, bis zum völligen Austreiben seiner Säure, ist eine zeitraubende und undankbare und dabei unökonomische Arbeit; ich habe 2 Pf. desselben beinahe eine Woche hindurch geglüht, und dennoch war es mir nicht möglich, sämmtliche Säure auszutreiben.

Die Methode, das salpetersaure Salz mit Eisen zu glühen, gelingt besser und vollkommen; doch wurde auch diese unterlassen

Digitized by Google

und zu der erstgenannten — das Schwefelbaryum durch Kupferoxyd zu zersetzen — zurückgekehrt, und blieb man forthin dabei stehen, weil sie ohne Zweifel die einfachste und billigste ist.

In einer grossen porcellanenen Schaale werden 2 Pf. Schwefelbaryum mit 8 Quart destillirtem Wasser übergossen, gut durchgerührt, zum Kochen erhitzt und unter beständigem Umrühren so lange zerriebenes (selbstbereitetes) Bremerblau Nr. 1 — zum Verkauf von nicht genügend empfehlenswerther Farbe — hinzugesetzt, bis eine abfiltrirte Probe durch Kupfervitriol-Solution nicht mehr dunkel, sondern bläulich niedergeschlagen wird. Die Flüssigkeit filtrire man von dem schwarzen Bodensatze unverzüglich in einen grossen Glaskolben, rühre den Rückstand noch mit etwas heissem Wasser durch, filtrire auch diese diluirte Flüssigkeit ab und setze sie der ersten Solution hinzu, worauf man den Kolben mit einer Glasplatte bedeckt, und einen Tag hindurch zur Krystallisation kalt stellt. Die angeschossenen Krystalle werden auf einem Trichter gesammelt, derselbe mit einer Glasplatte bedeckt, und sobald die anhängende Lauge abgetropft, werden sie so schnell als möglich zwischen Druckpapier getrocknet und in kleinen mit Glasstöpseln gut verschliessbaren Gläsern aufbewahrt. Die Mutterlauge wird in einer Retorte weiter eingedampft, und lässt man dieselbe darin zur Krystallisation erkalten; hat man aber zu gleicher Zeit auch ein Barytsalz in Arbeit, so kann sie dafür mit benutzt werden.

Zur Zersetzung der angewandten 2 Pf. Schwefelbaryum wurden $1\frac{3}{16}$ bis $1\frac{1}{4}$ Pf. Bremerblau gebraucht, und zwischen $1\frac{1}{8}$ bis $2\frac{3}{8}$ Pf. Aetzbaryt erhalten.

Wird Baryumoxyd in Pulverform verlangt, dann hat man nur nöthig, das krystallisirte in einem porcellanenen Tiegel, am besten über der Flamme der Alkohollampe, stark zu erhitzen, wodurch das Krystallwasser ausgetrieben wird und Ba O + H O zurückbleibt; man erhielt von 8 Unzen des ersteren $4\frac{3}{8}$ bis $4\frac{1}{4}$ Unzen des letzteren.

Aetzbaryt krystallisirt in durchsichtigen Tafeln und Säulchen, welche alkalisch schmecken und reagiren; an der Luft werden sie durch Erzeugung von kohlensaurem Baryt weiss beschlagen. In der Hitze verlieren sie ihr Krystallwasser, das hydratische Wasser aber kann bei der höchsten Temperatur nicht ausgetrieben wer-

Digitized by Google

den; sie lösen sich in 19 Th. Wasser von 15 ° C. und in 2 Th. kochendem und in 180 Th. Weingeist auf.

Der krystallisirte ätzende Baryt ist auf Strontian, Kalk und Kupfer zu prüfen; ich habe Spuren des letzteren einmal in einem nicht selbstbereiteten, übrigens vollkommen farblosen Präparate aufgefunden.

Kohlensaurer Baryt.

$$Ba\,O + CO_2.$$

(Baryum oxydatum carbonicum, Baryta carbonica; Carbonate de baryte; Carbonate of baryta.)

Der kohlensaure Baryt wird durch Zersetzung eines auflöslichen Barytsalzes vermittelst des kohlensauren Ammoniaks erhalten; kohlensaures Kali oder Natron statt dessen zu verwenden, ist nicht anzurathen, weil dadurch das Präparat alkalihaltig werden würde.

In einer grossen irdenen Schüssel werden 6 Pf. Chlorbaryum nach und nach in 24 bis 28 Quart kalten destillirten Wassers aufgelöst, und der klaren in einen von 3 bis $3\frac{1}{2}$ Eimer Wasser haltenden Steintopf gegossenen Auflösung so lange fein zerriebenes kohlensaures Ammoniak oder auch eine concentrirte Auflösung desselben, unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel, hinzugefügt, als noch Aufbrausen und Niederschlag hervorgebracht wird. Sobald der Niederschlag sich zu Boden gelagert hat, wird die klare Flüssigkeit — welche im Salmiakgebäude, der rohen Salmiaklauge beigegeben werden kann — abgegossen und der Präcipitat auf einem Spitzbeutel gesammelt, um die anhängende Lauge abziehen zu lassen, was man durch Rütteln an demselben zu befördern sucht; die möglichst schnelle Entfernung des gebildeten Salmiaks von dem feuchten Niederschlage ist deshalb sehr

Digitized by Google

anzurathen, weil mehr oder weniger desselben in der Solution des ersteren wieder aufgelöst wird. Der Niederschlag wird zurück in den Topf gegeben, mit etwa 15 bis 18 Quart kaltem destillirtem Wasser übergossen, gut durchgerührt, dann sammt dem Wasser wieder auf den Spitzbeutel gegeben und das Ablaufende auf denselben zurückgegossen, bis es klar erscheint; man wäscht nun überhaupt so lange mit destillirtem Wasser nach, bis in der ablaufenden Flüssigkeit, auf Zusatz von Silbernitrat, nicht die geringste Veränderung mehr hervorgebracht wird, und trocknet den auf Papier ausgebreiteten Niederschlag in der Wärme.

Es wurden zu der Zersetzung der in Arbeit genommenen 6 Pf. salzsauren Baryts $3\frac{1}{8}$ Pf. kohlensaures Ammoniak verbraucht, und erhalten $4_{,}{}^{7}{}_{6}$ Pf. kohlensaurer Baryt.

Kohlensaurer Baryt erscheint als ein weisses, geruch- und geschmackloses und in Wasser unlösliches Pulver, welches sich leicht und vollständig in verdünnter Salpetersäure unter Aufbrausen auflösen muss. Er kann verunreinigt sein: durch Chlor, Strontian, Kalk, Magnesia, Eisen, Kupfer, Kali, Natron, Kieselerde, durch die letzteren drei, wenn fixe kohlensaure Alkalien zu dessen Bereitung verwendet worden waren.

Salpetersaurer Baryt.

$$Ba\,O + N\,O_5.$$

(Salpetersaure Schwererde; Baryum oxydatum nitricum, Baryta nitrica, Terra ponderosa nitrica; Nitrate de baryte; Nitrate of baryta.)

Ein grosser, im Freien stehender Bottich wird mit 25 Eimer voll (300 Quart) destillirtem oder Regenwasser, etwa $\frac{1}{3}$ oder zur Hälfte angefüllt, worauf man 50 Pf. Schwefelbaryum, unter stetem Umrühren, wie bei Bereitung des Chlorbaryums angegeben worden ist, einträgt, und nach und nach so lange von einer mit destillirtem Wasser zu 10 bis 12° B. verdünnten schwefelsäure- und

Digitized by Google

auch möglichst chlor-freien Salpetersäure hinzusetzt, bis kein starkes Aufbrausen mehr entsteht und Curcumapapier nur noch schwach bräunlich gefärbt wird. Der salpetersaure Baryt ist schwerlöslicher als der salzsaure, deshalb muss gleich zu Anfang dem Schwefelbaryum mehr Wasser zugesetzt werden, und das Scheidewasser hat man aus dem Grunde zu verdünnen, weil ein concentrirtes auf das Schwefelbaryum oxydirend einwirken und sich wieder schwefelsaurer Baryt bilden würde. Die erhaltene Lauge wird von dem Bodensatze abfiltrirt und mit Salpetersäure bis zur vollkommenen Neutralisation zersetzt, worauf sie in einer bleiernen Pfanne langsam und so weit eingekocht wird, bis eine herausgenommene und in die Kälte gestellte Probe alsbald Krystalle absetzt; bei dieser Stärke entfernt man das Feuer, füllt die Flüssigkeit in irdene Schüsseln und setzt sie an einen kühlen Ort. Nach 12 bis 18 Stunden wird die Krystallisation beendigt sein; man sammelt die Krystalle auf irdenen oder gläsernen Trichtern, spühlt sie mit etwas destillirtem Wasser ab und verdampft die Lauge weiter zur Krystallisation. Auf diese Weise fährt man fort, bis sich die Flüssigkeitsmenge so verringert hat, dass sie, ohne Nachtheil für die Pfanne, nicht weiter in derselben eingedampft werden darf, sondern sie muss dann, in den Schüsseln selbst, im Sandbade concentrirt werden. Die letzten Anschüsse enthalten meistens etwas salpetersauren Strontian und, wurde eine nicht ganz chlorfreie Salpetersäure angewandt, auch geringe Menge Chlorbaryum oder Chlorstrontium, weshalb dieselben nochmals aufgelöst und die Salze durch Krystallisation geschieden werden müssen. Das erhaltene Salz wird auf Horden an der Luft getrocknet.

Zu 50 Pf. Schwefelbaryum wurden 75 bis 81 Pf. Salpetersäure von 25 ° B. (= 1,20 sp. G.) verbraucht und von 37 bis 40 Pf. salpetersaurer Baryt daraus erhalten.

Das Salz krystallisirt in farblosen, durchsichtigen Octaëdern und Tetraëdern, ist von bitterm, kühlendem, scharfem Geschmack, löst sich in 12 Th. Wasser bei + 15 ° C. und in weniger als 3 Th. kochendem und auch etwas in Alkohol. Der salpetersaure Baryt ist auf Chlorbaryum, salpetersauren Strontian zu prüfen, und kann ausserdem auch Kalk, Magnesia, Eisen und Kupfer enthalten.

Digitized by Google

Essigsaurer Baryt.

Ba O + Ā + H O.

(Essigsaure Schwererde; Baryum oxydatum aceticum, Baryta acetica, Terra ponderosa acetata; Acétate de baryte; Acetate of baryta.)

Man stellt den essigsauren Baryt gewöhnlich durch Behandlung des reinen kohlensauren Baryts mit Essigsäure und langsames Abdampfen der erhaltenen Auflösung zur Krystallisation dar, wodurch man von 1 Pf. Barycarbonat gegen $1\frac{1}{2}$ Pf. essigsaures Salz erhält; bei der Bereitung in grösseren Mengen kann derselbe aber eben so gut, und zwar mit mehr Vortheil, direkt aus dem Schwefelbaryum genommen werden.

Ein kleiner, im Freien stehender Bottich wird etwa zur Hälfte oder zu $\frac{2}{3}$ seines Rauminhalts mit ohngefähr 25 bis 30 Qt. destillirtem Wasser angefüllt, und unter den bei den Artikeln »Chlorbaryum und salpetersaurer Baryt« angegebenen Vorsichtsmaassregeln werden 20 Pf. Schwefelbaryum in dasselbe eingetragen. Darauf setzt man allmählig so lange Essigsäure von 1,045 sp. G. hinzu bis Curcumapapier nur noch schwach gebräunt wird. Man filtrirt, bringt die klare Flüssigkeit in einen grossen Steintopf, versetzt dieselbe mit Essigsäure bis zur vollständigen Neutralisation und dampft sie im zinnernen oder bleiernen Kessel über die Hälfte ein. Dieselbe wird (— wenn nöthig, durch etwas aschefreies Holzkohlenpulver filtrirt und dasselbe mit wenig destillirtem Wasser nachgewaschen —) in irdene Schüsseln gegeben und auf einer nicht zu warmen Stelle des Sandbades langsam verdunstet. Die geringe Menge zurückbleibender Mutterlauge lässt man von den Krystallen auf die Weise abfliessen, dass man zwei Schüsseln mit ihren inneren Seiten aneinander gelehnt, in eine dritte leere Schüssel stellt. Sobald sämmtliche Lauge abgetropft, werden die zusammenhängenden Krystallgruppirungen herausgestochen, zwischen Druckpapier an der Luft getrocknet, und in gut verschlossenen Gläsern mit weiten Mündungen aufbewahrt. Zu der Zersetzung von 20 Pf. Schwefelbaryum wurden $22\frac{1}{2}$ Pf. Essigsäure von 1,045 sp. G. erfordert, und man erhielt $19\frac{1}{2}$ Pf. krystallisirten essigsauren Baryt.

Dieses Salz erscheint in durchsichtigen, farblosen, rhombischen Säulen, verwittert sehr schnell, schmeckt scharf, bitter und

Digitized by Google

löst sich in 1,2 Th. kaltem und 1,1 Th. kochendem Wasser, in Alkohol in geringer Menge auf; die Auflösung reagirt neutral und zersetzt sich nach und nach unter Ausscheidung von kohlensaurem Baryt. In starker Hitze zersetzt sich dieses Salz, wie essigsaures Kali und die meisten essigsauren Salze, unter Hinterlassung von kohlensaurem Baryt und Kohle. Der essigsaure Baryt ist zu prüfen: auf Kalk, Strontian, Magnesia, Eisen, Kupfer.

Schwefelstrontium.

Sr S.

(Strontium sulphuratum; Sulfure de strontium; Sulphuret of strontium.)

Schwefelstrontium wird ebenso bereitet wie Schwefelbaryum. 300 Pf. gemahlener und feinabgesiebter Cölestin von Dornburg bei Jena (und Münder im Königreich Hannover) werden mit 75 Pf. gepulverter Holzkohle innig gemengt; das Gemenge drückt man in 9 bis 10 irdene Töpfe ein, um deren Ränder man Eisendraht fest angezogen hatte, bedeckt mit einer dünnen Lage Kohlenpulver, legt irdene Deckel auf, deren jeder in der Mitte mit einem Loche versehen ist, verstreicht die Fugen zwischen Topf und Deckel mit Lehm und brennt nach und nach bis zur Weissglühhitze. Es wird damit überhaupt ganz so verfahren, wie bei Bereitung des Schwefelbaryums angegeben ist. 300 Pf. schwefelsaurer Strontian- und 75 Pf. Kohle geben 206 Pf. Schwefelstrontium. Dasselbe bildet ein graues, in's Gelbe scheinendes Pulver, welches, frischbereitet, geruchlos ist, beim Stehen an der Luft Schwefelwasserstoffgas entbindet, in kochendem Wasser sich löst, dabei aber in andere Strontiumverbindungen sich zersetzend.

Digitized by Google

Chlorstrontium.

Sr Cl + 6 HO.

(Salzsaurer Strontian; Strontium chloratum, Strontiana muriatica; Chlorure de strontium, Hydrochlorate ou Muriate de strontiane; Chloride of strontium, H. or M. of strontia.)

Ein im Freien stehender etwa 18 bis 20 Eimer (220 bis 240 Quart) Wasser fassender Bottich wird zur Hälfte mit destillirtem oder Regenwasser gefüllt, worauf man 48 Pf. Schwefelstrontium unter stetem Umrühren einträgt, und dann nach und nach so lange von einer schwefelsäurefreien 21 grädigen (= 1,170 sp. G.) Salzsäure in kleinen Portionen hinzufügt, bis das Aufbrausen fast nachlässt und Curcumapapier nur noch schwach gebräunt wird. Die erhaltene Lauge wird vom Rückstande, welcher unzersetzten Cölestin, oft etwas Kohle, thonige Substanzen und Schwefelmetalle enthält, abfiltrirt, die klare Flüssigkeit mit reiner Salzsäure bis zum gänzlichen Verschwinden der alkalischen Reaction versetzt, in einer bleiernen oder zinnernen Pfanne oder Kessel zu $\frac{1}{3}$ ihres Volumens eingedampft, darauf, wenn nöthig, nochmals filtrirt, in irdenen Schüsseln im Sandbade bis zum Erscheinen einer starken Salzhaut eingedampft und zur Krystallisation an einen kühlen Ort gestellt.

Wenn nach einem bis drei Tagen, je nach der Temperatur der Luft, der erste Anschuss beendigt ist, sammelt man die Krystalle auf Trichtern, lässt vollständig abtropfen, dampft die Lauge abermals zur Krystallisation ein, und fährt abwechselnd so fort, bis nur etwas Mutterlauge zurückbleibt.

Will man dieselbe nicht gleich aufarbeiten, dann wird sie zurückgestellt; wenn nach und nach eine grössere Menge davon sich angesammelt hat, glüht man sie in einem eisernen Tiegel oder Kessel aus, um das dabei befindliche Chlormagnesium zu zersetzen, giesst die Masse aus, nimmt sie in reinem Wasser auf, filtrirt und dampft zur Krystallisation ein, wodurch das übrige Chlorstrontium nach und nach, und bei nur sehr geringem Verluste, daraus erhalten werden kann. Die erhaltenen Krystalle werden auf mit Papier belegten Horden an der Luft getrocknet und in Glasflaschen aufbewahrt.

Digitized by Google

Zur Zersetzung der verwendeten 48 Pf. Schwefelstrontium wurden 62 Pf. Salzsäure zu 21° B. verbraucht und 48 Pf. reiner krystallisirter (nebst $\frac{1}{8}$ Pf. unreinem, Chlorbaryum enthaltendem krystallisirtem) salzsaurer Strontian erhalten.

Chlorstrontium krystallisirt in farblosen Säulen und Nadeln, schmeckt scharf, stechend und bitter, verändert sich bei gewöhnlicher Temperatur nicht an der Luft, löst sich in $\frac{3}{4}$ Th. kaltem, in viel weniger kochendem Wasser und in 6 Th. gewöhnlichen Weingeistes bei + 15° C. auf, verliert in der Wärme sein Wasser, ohne zu schmelzen und kommt in der Glühhitze in Fluss, ohne dabei eine weitere Veränderung zu erleiden. Dasselbe ist auf Baryt, Kalk, Magnesia, Eisen und Kupfer zu prüfen; da es aber meistens in der Technik gebraucht wird, so dürften für desfallsige Anwendungen Spuren der drei ersten in dem Chlorstrontium zu entschuldigen sein.

Aetzstrontian.

Sr O, H O + 8 H O oder Sr O + 10 HO.

(Strontiumoxyd; Strontium oxydatum purum, Strontiana caustica; Strontiane caustique, Strontiane hydratée cristallisée; Caustic strontia.)

In einer grossen porcellanenen Schaale werden 2 Pf. Schwefelstrontium mit 10 Quart destillirten Wassers auf's Beste durchgerührt, zum Kochen erhitzt, und unter beständigem Umrühren so lange zerriebenes Bremerblau hinzugesetzt, bis eine abfiltrirte Probe durch Kupfervitriolsolution nicht mehr braun, sondern bläulich niedergeschlagen wird.

Die erhaltene Flüssigkeit filtrire man von dem schwarzgefärbten Rückstande sogleich in einen grossen Glaskolben, rühre den Rückstand noch mit etwas heissem destillirtem Wasser durch, filtrire auch diese diluirte Flüssigkeit ab und setze sie der ersten Auflösung hinzu, worauf man den Kolben, mit einer Glasplatte

bedeckt, 24 Stunden kalt stellt. Die angeschossenen Krystalle werden auf einem Trichter gesammelt und derselbe mit einer Glasplatte bedeckt; sobald die Lauge abgetropft ist, werden sie so schnell als möglich zwischen Druckpapier getrocknet und in mehrere kleine mit Glasstöpseln gut verschliessbare Gläser gegeben. Die Mutterlauge wird in einer Retorte zur Krystallisation weiter verdunstet; hat man aber zugleich ein Strontiansalz in Arbeit, so kann dieselbe dazu mit verwendet werden. Die angewandten 2 Pf. Schwefelstrontium erforderten zu ihrer Zersetzung $1\frac{15}{16}$ Pf. Bremerblau, und man erhielt $2\frac{5}{8}$ Pf. krystallisirtes Strontiumoxyd, andere Male nur $2\frac{1}{8}$ bis $2\frac{1}{2}$ Pf. desselben.

Ein Mal, als kein passendes Bremerblau zur Hand war, musste man reines Kupferoxyd anwenden, wovon zur Zersetzung eines Pfundes Schwefelstrontium $\frac{5}{8}$ Pf. nöthig waren.

Aetzstrontian krystallisirt in farblosen, vierseitigen Tafeln und Nadeln, schmeckt scharf laugenhaft, überzieht sich an der Luft mit einer weissen Haut (kohlensauren Strontian bildend), wobei er sein Wasser grösstentheils fahren lässt, löst sich in 52 Th. Wasser von 15° C. und in beinahe 2 Th. kochendem; die Auflösung reagirt und schmeckt alkalisch. Der Strontian gibt in der Hitze sein Krystallwasser aus und hinterlässt ein weisses Pulver (wenn Aetzstrontian in Pulverform verlangt wird, braucht man nur den krystallisirten im Porcellantiegel über der Alkoholflamme zu erhitzen, wodurch sein Krystallwasser ausgetrieben wird und Sr O, HO zurückbleibt), in der Glühhitze geräth derselbe in Fluss, ohne sein hydratisches Wasser zu verlieren. Derselbe kann durch Baryt, Kalk und Kupfer verunreinigt sein.

Aetzender Strontian und Baryt haben in ihrem Aeussern viel Aehnlichkeit miteinander, unterscheiden sich aber dadurch, dass krystallirter Strontian weniger leicht auflöslich in Wasser ist und nicht so heftig ätzend schmeckt als Baryt; dass Strontiansalze, in Alkohol aufgelöst, der Flamme eine rothe Farbe ertheilen, während Barytsalze die Flamme grüngelb färben; dass Kieselflussäure die Barytsalze niederschlägt, aber nicht die Strontiansalze, wenn ein geringer Säureüberschuss vorhanden ist; dass jodsaures Natron die Barytsalze vollständig präcipitirt, nicht aber die Strontiansalze.

Digitized by Google

$Sr\,O + N\,O_5$.

(Strontium oxydatum nitricum, Strontiana nitrica; Nitrate de strontiane; Nitrate of strontia.)

Einen unter freiem Himmel stehenden etwa 38 bis 40 Eimer (440 bis 480 Quart) haltenden Bottich fülle man zur Hälfte mit destillirtem oder Regenwasser an, trage unter beständigem Umrühren (worüber beim Artikel »Chlorbaryum« die näheren Vorsichtsmaassregeln angegeben worden sind) mit einem rechtwinklig gearbeiteten Holze 100 Pf. Schwefelstrontium in kleinen Portionen ein, setze nach und nach so lange von einer zu 10 bis 12° B. mit destillirtem Wasser verdünnten völlig schwefelsäure- und auch möglichst chlorfreien Salpetersäure hinzu, bis kein starkes Aufbrausen mehr erfolgt und die Flüssigkeit dem Curcumapapier nur noch eine schwach braune Farbe ertheilt. Die Flüssigkeit wird von dem Bodensatze (unzersetzter schwefelsaurer Strontian mit etwas Kohle u. s. w., welcher zu neuen Glühungen mit Kohle aufgehoben wird) abfiltrirt, mit Salpetersäure vollkommen neutralisirt, filtrirt und in der zinnernen Pfanne so weit eingedampft, bis hie und da auf der Oberfläche der Flüssigkeit ein Krystallpünktchen sichtbar wird, das sich bald zu Boden senkt, worauf, wenn nöthig, man nochmals filtrirt, die Flüssigkeit in irdene Schüsseln gibt und im Sandbade durch weiteres Verdunsten so weit concentrirt, bis von jenem Salze, das in der zinnernen Pfanne stellenweis sich zeigte, eine grössere Menge in der Wärme herausfällt. Jetzt werden die Schüsseln auf einen minder warmen Platz des Sandbades gestellt, und wenn man daselbst nichts mehr vom Ausscheiden jenes fremden Salzes wahrnimmt, so wird die heisse Lauge in andere, vorher erwärmte Schüsseln von dem Salze (salpetersaurer Baryt) abgegossen und zur Krystallisation an einen kühlen Ort gestellt.

Säuert man die Lauge, während sie noch im Sandbade steht und ehe sie in andere Schüsseln ausgegossen wird, schwach mit Salpetersäure an, dann erhält man aus dieser gesäuerten Flüssigkeit eher und auch grössere Krystalle als aus einer neutralen. Ich habe auf diese Weise ansehnliche, vollkommen ausgebildete Krystalle erhalten von 8 bis 12 Unzen schwer, ja einigemal Kry-

Digitized by Google

stalle, deren jeder einzelne das Gewicht von 21 bis 24 Unzen zeigte. Der Kuriosität halber, wurden von solchen grossen Krystallen einige an das chemische Laboratorium der Georgia-Augusta-Universität in Göttingen gesandt.

Während der Krystallisation dieses Salzes, jedoch nur in einer sauren Auflösung desselben, habe ich bereits zu Anfang der dreissiger Jahre sehr oft ein starkes Phosphoresciren beobachtet, welches wie Blitzstrahlen in allen Richtungen durch die Flüssigkeit hin und her schoss. *)

Sollte in der Kälte, ehe das Strontiansalz zu krystallisiren beginnt, sich noch etwas salpetersaurer Baryt ausscheiden, dann muss die Lauge nochmals in erwärmte Schüsseln ausgegossen, im Sandbade stark durchgewärmt und dann wieder kalt gestellt werden. Die Krystallisation wird nach 2 bis 3 Tagen, oft auch schon nach 24 Stunden, je nach der Temperatur der Luft beendigt sein; die erhaltenen Krystalle werden auf irdenen oder gläsernen Trichtern gesammelt, und nachdem die Lauge vollständig abgetropft, bespritzt man die Krystalle mit etwas Wasser und dampft die Lauge nebst Waschwasser weiter ein. Die geringe Menge saurer Mutterlauge verwendet man das nächste Mal bei der Zersetzung des Schwefelstrontiums mit als Säurezusatz; sollte sich nach und nach aber ein ansehnliches Quantum davon angesammelt haben, dann ist es gerathener, die sehr concentrirte Lauge in gebrauchte, für bessere Zwecke nicht mehr dienende, grosse Glasretorten zu geben, die Salpetersäure stark abzutreiben, die zurückbleibende feste Masse in Wasser zu lösen und den Rest des salpetersauren Strontians durch Krystallisation zu gewinnen. Die erhaltenen Krystalle werden auf, mit Papier belegten, Horden an der Luft getrocknet.

Zur Zersetzung der angewandten 100 Pf. Schwefelstrontium wurden 220 Pf. Salpetersäure zu 31° B. (= 1,270 sp. G.) verbraucht, 125 bis 140 Pf. (im Mittel 132½ Pf.) krystallisirter salpetersaurer Strontian und etwas mehr als 4 Pf. salpetersaurer Baryt erhalten.

In weit grösseren Mengen als dem krystallisirten Salze, wird in Fabriken dem salpetersauren Strontian in Pulverform nachge-

*) Buchn. Repertor. f. d. Ph. 1835. Bd. 55. S. 223.

Digitized by Google

fragt, den man sich auf die Weise verschafft, dass, nachdem der salpetersaure Baryt in der Wärme aus der Lauge gefallen und aus derselben entfernt worden ist, man die Lauge im Sandbade fast zur Trockne eindampft, die Schüsseln alsdann in die Kälte bringt und bis den nächsten Tag, schräg gestellt, stehen lässt; die geringe Menge der zusammengeflossenen Lauge wird abgegossen, das Salz im Sandbade unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel ausgetrocknet, in Flaschen mit weiten Mündungen gefüllt und dieselben gut verkorkt. Man kann sich dieses Pulver auch verschaffen, wenn man das krystallisirte Salz bei gelinder Wärme im Sandbade zergehen lässt und durch stetes Umrühren nach und nach in der Kälte in ein Pulver verwandelt; jedoch erwächst hiedurch in ökonomischer Beziehung stets ein nicht unbeträchtlicher Nachtheil.

Der salpetersaure Strontian krystallisirt in farblosen, durchsichtigen, wasserleeren Octaëdern (öfters auch in langen Prismen, 5 Aequivalente Wasser enthaltend), schmeckt kühlend, etwas scharf, löst sich in 2 Th. kaltem, $\frac{1}{2}$ Th. kochendem Wasser und in sehr geringer Menge in wässerigem Alkohol auf. Derselbe ist luftbeständig, wenn frei von Kalk- oder Magnesiasalz, schmilzt in der Hitze, gibt in der Rothglühhitze Sauerstoff und Untersalpetersäure aus und hinterlässt Strontian.

Das Salz kann Baryt, Kalk, Magnesia, Kupfer, Chlorstrontium enthalten.

Chlorcalcium.

Ca Cl.

(Salzsaurer Kalk, Fixer Salmiak; Calcium chloratum, Calcaria muriatica, Sal ammoniacum fixum; Chlorure de calcium, Hydrochlorate ou Muriate de chaux; Chloride of calcium, Hydrochlorate or M. of lime.)

Man erhält Chlorcalcium als Rückstand bei Bereitung des Aetzammoniaks, hie und da auch wohl bei Zersetzung des Salmiaks

durch kohlensauren Kalk (Kreide), und in Fabriken, die mit Salinen in Verbindung stehen, gewinnt man dasselbe aus der Kochsalzmutterlauge, welche oft nur Chlormagnesium, bald aber auch hier mehr Chlormagnesium, dort mehr Chlorcalcium enthält.

Den Rückstand von Aetzammoniak anlangend, so wird derselbe mit Wasser ausgekocht und die trübe Brühe in ein Fass zum Absetzen gegeben. Nach dem Abklären wird die Flüssigkeit abgezogen, der unlösliche Bodensatz auf einen Spitzbeutel gebracht und sämmtliche Lauge in einem eisernen Kessel zur Trockne abgeraucht. Das trockne Salz glüht man in einem eisernen Kessel so lange, bis es durch und durch in gleichartigem Flusse ist, worauf die flüssige Masse in einen trocknen eisernen Kessel ausgegossen, unverzüglich gepulvert und in gut verschlossenen Gläsern oder in gutgebrannten steinernen Krucken aufbewahrt wird.

Dieser rohe wasserfreie salzsaure Kalk (Calcaria muriatica fusa, Calcium chloratum fusum; Chlorure de calcium fondu; Fused Chloride of calcium) ist zum Entwässern von Alkohol, wozu derselbe wohl am meisten gebraucht werden dürfte, und für manche andere Zwecke hinreichend rein.

Wenn man eine beliebige Menge dieses geschmolzenen Calciumchlorides in etwa 3 Th. Wasser auflöst, die Flüssigkeit klar abfiltrirt, einige Tropfen Salzsäure hinzufügt, um die alkalische Reaction aufzuheben, darauf in irdenen oder porcellanenen Schüsseln im Sandbade zu 44 bis 46° B. oder zur dünnen Salzhaut verdunstet und dann an einen kalten Platz stellt, erhält man das Salz im krystallisirten Zustande (Calcaria muriatica crystallisata; Chlorure de calcium cristallisé; Cristallised calciumchloride).

Bringt man von jener klarfiltrirten Auflösung durch Abdampfen und, wenn dieselbe dicklich zu werden anfängt, unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel zur staubigen Trockne, so erhält man den getrockneten salzsauren Kalk (Calcaria muriatica exsiccata; Chlorure de calcium desséché; exsiccated chloride of calcium).

Die Krystalle müssen zwischen Druckpapier so schnell als möglich von der anhängenden Lauge befreit und diese sowohl,

Digitized by Google

als das eingetrocknete Salz in wohl verschlossenen Flaschen vor Luftzutritt aufbewahrt werden.

Was die Mutterlauge der Salinen betrifft, so hat man dieselbe, wenn ihre Stärke über 28 bis 29 ° B. hinausgeht, oder wenn sie sehr viel oder mehr Chlormagnesium als Chlorcalcium enthält, mit $\frac{1}{4}$ bis $\frac{1}{3}$ ihres Volumens Wasser zu verdünnen und grosse Bottiche zu etwa $\frac{2}{3}$ damit anzufüllen. Dieser verdünnten Lauge setzt man unter stetem Um- und Durchrühren so lange dünne Kalkmilch hinzu, bis Kalkwasser in einer abfiltrirten Flüssigkeit keine oder eine kaum bemerkbare Trübung mehr hervorbringt. Die Mischungen bleiben mehrere Stunden unangerührt stehen, die geklärten Flüssigkeiten werden dann abgezogen und einstweilen in ein dichtes hölzernes Reservoir gegeben; den in den Bottichen enthaltenen Brei übergiesst man mit halb so viel Wasser, als man das erste Mal an verdünnter Mutterlauge genommen hatte, rührt gut durch und lässt ruhig stehen. Sobald die Flüssigkeit sich wiederum abgeklärt hat, wird dieselbe ebenfalls in das Reservoir gegossen, der Brei aus den Bottichen aber in den Filtrirbottich gegeben und auch die hier abgehende Lauge zu der im Reservoir befindlichen gegossen. Der Brei im Filtrirgefäss wird gut mit Wasser ausgewaschen, die abgehende Flüssigkeit — weil diluirt — zum Auswaschen neuer Ansätze benutzt, das auf dem Filtrir- oder Aussüssebottich befindliche Magnesiahydrat zum Sättigen saurer Bittersalzrückstände von den Destillationen der Salzsäure und Essigsäure, aus Chlormagnesium und essigsaurer Magnesia, und für manche andere Zwecke benutzt.

Die im Reservoir befindliche Chlorcalciumauflösung wird in einer Pfanne von Eisenblech eingekocht, wobei sich etwas Magnesiahydrat und später auch Kochsalz ausscheidet. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann muss langsam abgedampft und das soggende Kochsalz an die Seiten gezogen und ausgeschlagen werden. Man bringt die Lauge nun auf 40 bis 41 ° B., entfernt das Feuer und lässt sie zum Erkalten in eine dichte Cisterne ab; während 2 bis 3 Tagen ruhigen Stehens werden sich noch etwas Kochsalz und andere Salze, als Chlorkalium, schwefelsaures Kali abgeschieden haben.

Die so weit gereinigte Lauge dampft man in einer kleineren Pfanne von Eisenblech oder in einem gusseisernen Kessel bis zu

Digitized by Google

einer zähen oder klebrigen Masse und so weit ein, dass eine herausgenommene Probe, schnell erkaltet, bröcklich erscheint. Diese Masse wird, bei grösseren Mengen, in einem sehr flachen, in die Sohle eines kleinen Calcinirofens versenkten, gusseisernen Kessel portionenweise geschmolzen, wenn in gleichmässigem Fluss, mittelst eines eisernen Löffels herausgenommen und in einen trocknen eisernen Kessel ausgeschlagen. Die erstarrte Masse wird in grössere und kleinere Stücke geschlagen und in sehr dichte, mit Kalk ausgestrichene Fässer zur Versendung verpackt, oder, gröblich zerstossen, in irdene Töpfe gegeben, welche gut verkorkt und verpicht oder mit Blase verbunden werden. Will man aus diesem geschmolzenen Artikel das getrocknete oder krystallisirte Chlorcalcium darstellen, dann hat man ebenso zu verfahren, wie oben angegeben worden ist.

Kommt es darauf an, ein vollkommen reines Chlorcalcium herzustellen, so muss das gewöhnliche rohe geschmolzene Salz in Glasgefässen mit 80 procentigem Alkohol behandelt, filtrirt, der klaren Flüssigkeit eine dem Gewichte des Chlorcalciums gleiche Menge destillirten Wassers hinzugesetzt und in Retorten der Weingeist abdestillirt werden. Der Retorteninhalt wird, wenn nöthig, filtrirt, die alkalische Reaction durch reine Salzsäure aufgehoben, in einer porcellanenen Schaale zur Trockne abgeraucht, das Salz im porcellanenen Tiegel geschmolzen und die geschmolzene Masse in gut verwahrten Gläsern vor Luftzutritt aufbewahrt. Dieses geschmolzene reine Chlorcalcium kann zugleich zur Bereitung des inspissirten oder trocknen und des krystallirten Salzes benutzt werden.

Reines geschmolzenes Chlorcalcium bildet eine harte, weisse Masse und ist wasserleer, getrocknetes ein weisses krystallinisches Pulver, welches 24 % Wasser enthält und krystallisirtes erscheint in 4 und 6 seitigen gestreiften Säulen, welche über 49 % Wasser enthalten.

Ich habe zur Winterzeit in den Mutterlaugekasten der West-Pennsylvanischen Salinen oft 18 bis 22 " lange und 1 bis 1½" dicke Krystalle von Chlorcalcium anschiessen sehen und auch aufgehoben, jedoch hielten sich dieselben, selbst in luftdicht verschlossenen Glasröhren, nicht sehr lange.

Digitized by Google

Chlorcalcium schmeckt ekelhaft bitter, salzig, erwärmend, zerfliesst an der Luft sehr schnell, löst sich sehr leicht in Wasser und Weingeist. Das reine Chlorcalcium ist zu untersuchen auf: freien Kalk, Magnesia, Thonerde, Eisen, Kupfer, Schwefelsäure.

Kohlensaurer Kalk.

$$Ca\,O + C\,O_2.$$

(Calcium oxydatum carbonicum, Calcaria carbonica; Carbonate de chaux pur, par précipitation; Precipitated carbonate of lime.)

Fünf Pfund gereinigtes geschmolzenes Chlorcalcium werden in 2 Eimer voll (24 Quart) destillirten Wassers aufgelöst und filtrirt. Die klare Auflösung gibt man in einen reinen irdenen Topf, und fügt so lange feinzerriebenes kohlensaures Ammoniak oder eine concentrirte Auflösung desselben hinzu, als noch ein Niederschlag hervorgebracht wird. Kohlensaures Kali oder Natron darf für das Ammoniaksalz nicht substituirt werden, weil das Präparat dadurch alkalihaltig ausfallen würde und das Präcipitationsgefäss darf nicht zu sehr mit der Auflösung angefüllt sein, damit der in Freiheit gesetzte Antheil Kohlensäure bei seinem Entweichen nichts von der Flüssigkeit mit hinaustreibe. Nachdem der Niederschlag sich gelagert hat und die Flüssigkeit vollkommen klar geworden ist, wird die letztere mit einem Glasheber abgehoben, der erstere auf ein über einen Tenakel gespanntes weisses leinenes Tuch gegeben, mit destillirtem Wasser so lange ausgewaschen, bis Silbersolution in dem Waschwasser nicht die geringste Veränderung mehr hervorbringt, darauf in gelinder Wärme getrocknet und in einer Flasche aufbewahrt. Die concentrirtere Flüssigkeit kann der rohen Salmiaklauge beigegeben werden, die Waschwasser giesst man fort. Die angewandten 5 Pf. Chlorcalcium erforderten $6\frac{1}{8}$ Pf. kohlensaures Ammoniak und man erhielt $4\frac{3}{5}\frac{1}{2}$ Pf. kohlensauren Kalk als ein weisses, krystal-

Digitized by Google

linisches, zartanzufühlendes geschmackloses Pulver. Der reine kohlensaure Kalk ist zu prüfen: auf Chlor, Schwefelsäure, Magnesia, Thonerde, Kieselerde, Eisen, Kupfer, Kali und Natron.

Schwefelsaurer Kalk.

$$CaO + SO_3 + 2HO.$$

(Reiner Gyps; Calcium oxydatum sulphuricum, Calcaria sulphurica, Gypsum purum; Sulfate de chaux cristallisé artificiel, Gypse précipité; Precipitated sulphate of lime, Precipitated gypsum.)

In einer irdenen Schüssel werden 2 Pf. reines geschmolzenes Chlorcalcium in 8 Pf. kaltem destillirten Wassers aufgelöst; die Auflösung filtrirt man und gibt sie in einen grossen irdenen Topf. In einem anderen irdenen Geschirre löst man 1 Th. Glaubersalz in 8 Th. kalten destillirtem Wasser auf und setzt von dieser Auflösung der im Steintopfe enthaltenen so lange hinzu, als noch ein Niederschlag erfolgt. Nachdem derselbe sich gesetzt hat, wird die klare Flüssigkeit vorsichtig abgegossen, der Niederschlag aber auf einem über einem Tenakel ausgespannten leinenen Tuche gesammelt und so lange mit kaltem destillirtem Wasser — weil bei Anwendung von warmem Wasser zu viel des Präcipitats sich wieder auflösen würde — gewaschen, bis salpetersaures Silberoxyd in der klaren Flüssigkeit keine Trübung mehr hervorbringt, worauf man den Niederschlag in gelinder Wärme trocknet. 2 Pf. salzsaurer Kalk erforderten $6\frac{1}{8}$ Pf. schwefelsaures Natron in Krystallen und gaben $2\frac{5}{8}$ Pf. schwefelsauren Kalk.

Der präcipitirte Gyps erscheint als ein krystallinisches, lockeres, weisses, im Ansehen dem schwefelsauren Chinin sehr ähnliches, geruch- und geschmackloses Pulver, welches in 388 Th. Wasser vollständig, nicht aber in Weingeist auflöslich ist. Derselbe ist zu prüfen: auf Chlor, Magnesia, Thonerde, Metalle.

Digitized by Google

Chlorkalk.

(Ca O, Cl O) + Ca Cl.

(Unterchlorigsaurer Kalk, Bleichkalk, Bleichpulver, Oxydirtsalzsaurer Kalk; Calcium oxydatum subchlorosum, Calcaria chlorata, Calcaria subchlorosa, seu hypochlorosa, seu oxymuriatica; Souschlorite de chaux, Chlorure de chaux, Muriate de chaux oxigèné; Chloride of lime, Bleaching powder, Oxymuriate of lime, Chlorinated lime.)

Die Entwickelung des Chlors aus Kochsalz, Braunstein und Schwefelsäure geschieht in ebenso construirten bleiernen Blasen, wie eine solche unter dem Artikel »Brom« gezeichnet und beschrieben worden, nur mit dem Unterschiede, dass dieselbe hier von a bis a 26″ hoch und von b bis b 38″ weit ist, und lässt man das Gas in einer aus Werksteinen gebauten Kammer, von 12′ Länge, 8′ Breite und 3 ½′ Höhe im Lichten, von Kalkhydrat aufsaugen; die Fugen werden mit einem Kitt aus gleichen Theilen Pech, Harz und gebranntem Gyps bestehend, verstrichen und die Kammern ausserdem noch von Aussen einigemal mit warmem Kohlentheer, in welchem etwas Harz aufgelöst ist und dem man feingemahlenen Schwerspath zugesetzt, getränkt oder angestrichen. Man hatte der Kammern mehrere, so dass drei derselben stets im Betriebe waren, und für eine jede wurde aus zwei Blasen das Chlor durch die Decke derselben hineingeleitet, damit es sich niedersenke. Man breitet auf dem Boden der Kammer 500 Pfund fein gesiebtes Kalkhydrat aus und wendet dasselbe mittelst hölzerner Rechen, deren mehrere an den langen Seitenwänden angebracht und durch mit Kalk gefüllte Stopfbüchsen geleitet sind, von Zeit zu Zeit, um dem Chlor neue Berührungspunkte zu bieten. An dem einen Ende ist eine hölzerne Thür zum Besetzen und Entleeren der Kammer, welche erstere mittelst Bändern, Tuchstreifen und Thon luftdicht verschlossen werden kann, und an jeder Seite der Kammer befindet sich ein Fenster, um den Arbeiter in Stand zu setzen, aus der Farbe der Zimmerluft zu urtheilen, wie weit die Absorption des Chlors vor sich gegangen ist, sowie in der Mitte der Decke eine grosse Oeffnung angebracht ist, die mittelst eines Wasserverschlusses luftdicht verschlossen werden kann und welche dazu dient, die Kammer zu lüften, wenn die Thür geöffnet ist.

In eine jede der beiden Blasen bringt man ein Gemenge von 230 Pf. Kochsalz und 210 Pf. gemahlenem Braunstein von 60 %

(chlorbildende Procente), gibt zwei Eimer Wasser nach, rührt gut durch und fügt darauf 500 Pf. Schwefelsäure von 55° B. hinzu. Die Verbindungsröhre der einen Blase führt das Gas durch Wasser, welches erstere auf der entgegengesetzten Seite des Waschgefässes durch eine andere bleierne Röhre wieder heraustritt und in der Mitte zwischen dem Wasserverschluss und der einen kurzen Seitenwand von oben in die Kammer sich niedersenkt, während solches mit den Verbindungsröhren der zweiten Blase auf der anderen Seite des Wasserlutums der Fall ist. Das Gas wird sorgfältig entbunden und jede Erwärmung des Präparats bei der Anfertigung ist möglichst zu vermeiden, damit sich kein chlorsaurer Kalk bilde, welches um so eher und um so mehr der Fall, je höher die Temperatur gestiegen. Nach 40 bis 48 Stunden ist die Operation beendigt, worauf das Wasserlutum der Blase und der Wasserverschluss in der Decke der Kammer, sowie die Thür in der letzteren geöffnet wird, und sobald sich die Dünste ziemlich verzogen haben, rechet man, von der Thür aus, den Chlorkalk nochmals gut durch und verpackt ihn in dichte mit Papier ausgelegte oder — besser — mit Kalkmilch dünn ausgestrichene Fässer. Von 460 Pf. Kochsalz, 420 Pf. gemahlenem Braunstein von 60 %, 1000 Pf. Schwefelsäure von 55° B. (= 1,612 sp. G.) und 5000 Pf. Kalkhydrat wurden 690 Pf. Chlorkalk erhalten, welcher nach dem (damals von mir befolgten) Marozeau'schen Quecksilberchlorür-Verfahren geprüft, 14 bis 15° zeigte.

Wenn man bei Bereitung des Chlorkalks, das Chlor aus Braunstein und Salzsäure entwickelt — welches Verfahren in den letzteren Jahren von mir angewendet wurde — dann kann man sich keiner bleiernen Entbindungsgefässe bedienen, sondern man hat dazu steinerne oder auch gut gebrannte irdene zu benutzen; doch verdienen die steinernen den Vorzug, weil die irdenen leicht mürbe werden und zu zerbrechlich sind. Man wendet ähnliche Entbindungsgefässe an, wie sie unter dem Artikel »chlorsaures Kali« gezeichnet und näher beschrieben worden sind, nur sind sie von weit geringeren Dimensionen, da man sich mehrerer derselben für eine Kalkkammer bedient; kann man in der Nähe Granit, Syenit, Gneiss oder Porphyr billig haben, so lässt man sich solche Steine zweckgemäss aushauen, wenn nicht — aus feinkörnigem, kalkfreiem Sandstein. Die Absorptionsgefässe sind aus kieselhaltigen Sandsteinplatten, welche durch Falze und

Digitized by Google

Asphaltkitt (oder durch jenen bei der Zusammensetzung der Condensatoren für Salzsäure angegebenen Kitt) miteinander verbunden, gebildete flache Kasten, welche vor dem Gebrauch ausserhalb einigemal mit warmem Steinkohlentheer, in welchem etwas Harz aufgelöst ist und dem man Schwerspathmehl zugesetzt hatte, angestrichen werden.

Die Kammer oder der Absorptionskasten ist aussen 12′ lang. 4′ breit und 21″ hoch, die Decke und die Seitenwände sind $4\frac{1}{2}$″ und der Boden ist $7\frac{1}{2}$″ stark, so dass der Kasten im Lichten, bei einer Länge von 11′ 3″, eine Weite von 3′ 3″ hat und 9″ hoch ist. An einer der schmalen Seiten des Kastens ist eine Oeffnung angebracht, welche zum Eintragen des Kalkhydrats und zum Herausnehmen des fertigen Präparates dient und die während der Arbeitszeit durch eine hölzerne, an der Innenseite mit Blei überzogene Thür, durch Tuchstreifen und Thon und durch einen vorgeschobenen Riegel verschlossen ist. In der Mitte der Decke befindet sich, wie bei der vorhin beschriebenen Kammer angegeben, ein Wasserlutum, und auf jeder Seite desselben sind 3 Oeffnungen, deren eine jede mit einem kurzen Bleirohre, welches unten und oben mittelst eines Falzes in die Steinmasse eingelassen, versehen ist und das etwa 4″ oberhalb der Decke heraustritt. Diese Oeffnungen dienen zur Aufnahme von $1\frac{1}{2}$″ (bis $1\frac{5}{8}$″) im Lichten weiten und $\frac{1}{4}$″ dicken bleiernen Röhren, welche das gewaschene Chlor von den Entwickelungsgefässen in die Kammer leiten.

Die Entbindungsgefässe, sechs an der Zahl, stehen an der einen Längenseite der Kammer oder des Absorptionskastens entlang und zwar nicht zu nahe derselben; sie sind 30″ im Lichten hoch und 27″ weit, haben, ein jedes, in der Mitte des Deckels eine durch Wasserlutum, Deckel und Thon verschliessbare Oeffnung, durch welche die Materialien eingetragen werden; es geht wie bei dem Gefässe zur Entbindung des Chlors für die Bereitung des chlorsauren Kali's, eine Röhre durch dasselbe, durch welche Wasserdampf durch die Flüssigkeit getrieben werden kann und sie haben endlich, ein jedes, an der einen Seite ein von oben und unten in die Steinmasse mittelst Falzen versenktes, gut befestigtes bleiernes Rohr, welches etwa 6″ nach Aussen hervorragt und $2\frac{1}{16}$ bis $2\frac{3}{32}$″ weit ist. Von diesem Rohre führt eine $1\frac{1}{2}$″ im Lichten weite, bleierne Röhre, welche $\frac{1}{4}$″ stark ist und gut in

Digitized by Google

das Rohr hineinpasst, durch den Deckel eines Gefässes von starkem Blei oder Stein, in welchem Wasser zum Waschen des Chlors vorgeschlagen ist, etwa 1 ½" über dessen Boden mündend ein; in der Mitte des Deckels des Waschgefässes ist eine mit Blei ausgefutterte Oeffnung für ein Sicherheitsrohr — am besten von Glas —, welches bis auf den Boden des Gefässes reicht. — In der Röhre, welche das Entwickelungsgefäss mit dem Waschgefässe verbindet, ist, wie bei dem oftgenannten Chlorentbindungsgefässe für die Bereitung des chlorsauren Kali's, ein Löchelchen angebracht, das mit einem Bleistöpsel verschlossen gehalten, bald dem Ende der Chlorentwickelung nahe aber geöffnet wird, um die dort angegebene Probe mit nassgemachtem Lackmuspapier anzustellen. — Auf der, der vom Entbindungsgefässe kommenden Röhre, entgegengesetzten Seite ist im Deckel ein starkes, 4 bis 6" hohes und $2\frac{1}{16}$ bis $2\frac{3}{32}$" weites Bleirohr fest eingesetzt, bestimmt zur Aufnahme einer Bleiröhre von 1½" Lichtenweite, durch welche das Chlor in die Kammer eintritt und welche von 3 bis 3½" unterhalb der Decke in die Kammer hinabreicht, um das einströmende Gas in sehr nahe Berührung mit dem ausgebreiteten Kalkhydrate zu bringen. Alle Fugen werden mit fettem Schwerspath- oder Thonkitt verdichtet, mit Packleinwand verbunden und ausserdem noch mit dicken Thonwulsten umgeben; sind die Verdichtungen von vornherein gut gemacht und vor der ersten Operation gut angetrocknet, dann können mehrere Operationen ausgeführt werden, ehe man nöthig hat neu zu lutiren. Statt eines bleiernen oder aus Stein gehauenen Gefässes kann man sich auch einer gut gebrannten irdenen Vorlage, wie man sie bei der Destillation der Salpeter- und Salzsäure in Cylindern anwendet, als Waschgefäss bedienen; das eine oder das andere solcher Gefässe hat nahe über dem Boden einen dichthaltenden, aus Thon gebrannten Hahn zum Ablassen des sauren Wassers, sobald sich dasselbe zu sehr ansammeln sollte. An der anderen langen Seitenwand des Kastens sind 4 bis 5 hölzerne Rechen angebracht, welche durch mit Kalk angefüllte Stopfbüchsen a (aus Blei gefertigt) geleitet sind und mittelst deren man das Kalkhydrat von Zeit zu Zeit umwendet. In der Kammer oder dem Absorptionskasten werden 420 Pf. feingesiebtes Kalkhydrat mit einem Rechen möglichst gleichförmig, 4 bis 4½" hoch, ausgebreitet; nachdem die Thür gut

Fig. 82.

Digitized by Google

verschlossen und alles Klebewerk angetrocknet ist, beschickt man jedes Entwicklungsgefäss mit 515 Pf. Salzsäure von 16 bis 17° B. Stärke (= 1,125 bis 1,130 sp. G.), etwa 2 Eimern Wasser und 176 Pf. gemahlenem Braunstein zu 60 % und öffnet die Dampfröhre zu $\frac{1}{8}$ ihres Durchmessers für 1 Stunde, worauf der Dampf wieder abgesperrt wird, damit das Chlor nicht zu rasch und bei nicht hoher Temperatur hineingetrieben wird. In der wärmeren Jahreszeit liegen die Röhren, welche von den Waschgefässen in die Kammern gehen, in einem Kasten, welcher mit Wasser gefüllt ist und in welchen von Oben so viel kaltes Wasser hinzufliesst, als am Boden desselben abgeführt wird; im Winter hingegen muss das Arbeitslokal mässigwarm gehalten werden (12 bis 15° C.). Die Operation währt von 40 bis 48 Stunden. Man erhielt von den angewandten 420 Pf. Kalkhydrat zwischen 585 bis 595 Pf. Chlorkalk, von einem Chlorgehalte zwischen 28 bis 34 % d. i. an bleichendem Chlor.

Der Chlorkalk bildet ein weisses Pulver, riecht schwach nach unterchloriger Säure, schmeckt schwach nach Chlor, zugleich salzig und laugenhaft, wird an der Luft feucht und zersetzt sich; er löst sich etwa zur Hälfte, unter Hinterlassung von Kalkhydrat, in Wasser auf, die Lösung reagirt alkalisch. Zu einer möglichst gesättigten Auflösung sind 10 Th. Wasser von + 20° C. erforderlich. Der Chlorkalk besteht aus einem Gemenge von gleichen Mischungs-Gewichten unterchlorigsaurem Kalk und Chlorcalcium, nebst Kalkhydrat, letzteres in grösserer oder geringerer Menge zugegen; enthält derselbe viel Kalkhydrat, so hatte die Einwirkung des Chlors nicht lange genug gedauert.

Anstatt der früher befolgten Marozeau'schen Methode zur Prüfung des Chlorkalks, habe ich in späterer Zeit das Graham-Otto'sche Verfahren dafür angewandt. Man löst 39 Gran reinen Eisenvitriol in 2 Unzen Wasser auf und säuert die Lösung mit Schwefelsäure an. 50 Gran Chlorkalk werden in einem Porcellanmörser mit Wasser zu Brei gerieben, letzterer mit Wasser verdünnt, die Lösung in eine in 100 Grad getheilte Glasröhre gegossen, welche damit bis zum 0 Strich gefüllt, dann umgestülpt auf die flache Hand gestützt und geschüttelt werden muss (die Röhre oder der Cylinder enthält 100 Gramm Wasser), oder man giesst die im Cylinder befindliche Flüssigkeit in ein Becherglas, rührt sie mit einem Glasstabe gut um und gibt sie dann in den

Cylinder zurück. Man kann sich dazu auch des 100 Gramm Wasser fassenden und in 200 Grade getheilten Alkalimeters bedienen, und hat dann nach der Prüfung des Chlorkalks die erhaltene Anzahl Grade durch 2 zu dividiren. — Aus diesem Maassglase wird nun zur Vitriollösung so viel hinzugesetzt, bis letztere in eine Eisenoxydlösung verwandelt worden ist, was durch eine Prüfung mit Kalium-Eisencyanid erkannt wird, welches nur mit einer Oxydal- nicht mit einer Oxydsalz-Solution Berlinerblau bildet. — 39 Gran Eisenvitriol verlangen 5 Gran Chlor, um in Oxydsalz verwandelt zu werden, hieraus findet sich der Chlorgehalt des Chlorkalks. Waren z. B. 30° der Lösung nöthig, so ist der Chlorgehalt in 100° wie folgt:

$$\frac{30 : 5 = 100 : x}{} = 16{,}67,$$

Da nun 50 Gran Chlorkalk in 100° enthalten sind, so ist der Chlorgehalt in 100 Gran 33,34 Procent.

Digitized by Google

Tabelle

zur Auffindung der Procente an bleichendem Chlor im Chlorkalke.

Chlorkalklösung. Grade.	Chlor-Procente.	Chlorkalklösung. Grade.	Chlor-Procente	Chlorkalklösung. Grade.	Chlor-Procente.	Chlorkalklösung. Grade.	Chlor-Procente.
25	40,0	42	24,0	59	17,0	76	13,1
26	38,4	43	23,3	60	16,7	77	13,0
27	37,0	44	22,7	61	16,4	78	12,8
28	35,7	45	22,2	62	16,1	79	12,7
29	34,5	46	21,7	63	15,9	80	12,5
30	33,3	47	21,3	64	15,6	81	12,3
31	32,3	48	20,8	65	15,4	82	12,2
32	31,3	49	20,4	66	15,1	83	12,0
33	30,3	50	20,0	67	14,9	84	11,9
34	29,4	51	19,6	68	14,7	85	11,7
35	28,6	52	19,2	69	14,5	86	11,6
36	28,0	53	18,8	70	14,3	87	11,5
37	27,0	54	18,5	71	14,0	88	11,3
38	26,3	55	18,2	72	13,9	89	11,2
39	25,6	56	17,8	73	13,7	90	11,1
40	25,0	57	17,5	74	13,5	95	10,5
41	24,4	58	17,2	75	13,3	100	10,0

Digitized by Google

Schliesslich noch ein Wort über den zum Chlorkalk zu verwendenden Kalk und das daraus herzustellende Hydrat. Man erhält ein um so reineres Präparat, je reiner der in Gebrauch gezogene Kalk ist, und je vorsichtiger beim Brennen desselben verfahren wurde. — Konnte man carrarischen Marmor oder Austernschalen haben, so verwendete man diese Substanzen am liebsten; wenn nicht, nahm man einen guten Muschelkalk, welcher vor dem Brennen in einem Bassin, auf durchlöcherten Brettern liegend, mit Wasser gewaschen wurde. Das Hydrat verschafft man sich am besten auf die Weise, dass man gebrannten Kalk in weiten Körben in Wasser taucht und ihn so lange darin lässt, bis er nichts mehr einsaugt, worauf man ihn in dem Lokale, in welchem die Mühle zum Absieben des Hydrats aufgestellt ist, in Haufen schüttet, wo er bald zu Staub zerfällt. Diesen Staubkalk besprengt man so lange er noch warm, aber nicht mehr heiss ist, mit etwas Wasser (— für 500 Pf. ungelöschten Kalk habe ich bei diesem, sogenannten zweiten, Löschen noch von 18 bis 24 Quart Wasser angewendet —) wendet ihn mit der Schaufel hin und her und bringt ihn wieder in Haufen; nach dem Erkalten wird derselbe gesiebt.

Essigsaurer Kalk.

$$Ca\,O + \bar{A}.$$

(Calcium oxydatum aceticum, Calcaria acetica; Acétate de chaux desséché; Exsiccated acetate of lime.)

Der essigsaure Kalk wird nur zum eigenen Bedarf, mittelst gewöhnlichen Speiseessigs angefertigt, zur späteren Darstellung von Essigsäure und Essigäther. Man sättigt den Essig mit gemahlener Kreide, mit Kalkhydrat, mit an der Luft zerfallenem Kalk, oder mit jenem Kalkcarbonate, welches bei Bereitung des Aetzkali's aus Pottasche oder des Aetznatrons aus krystallisirter Soda als Nebenprodukt abfällt.

Digitized by Google

Zwei Oxhoft (360 Quart) selbstbereiteter Essig werden in einen rostfreien, mehr weiten als tiefen, eisernen Kessel gebracht, etwas erwärmt, unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel, so lange gepulverter kohlensaurer Kalk (Kreide) oder von den vorhin genannten Substanzen hinzu gesetzt, bis kein Aufbrausen mehr stattfindet und die Flüssigkeit neutral reagirt, worauf man das Feuer verstärkt, die Lauge bis etwa zur Hälfte eindampft, eine bis zwei Stunden ruhig stehen lässt, um etwaige Unreinigkeiten sich zu Boden setzen zu lassen, die Lauge dann abhebt, den Rückstand auf einen Spitzbeutel bringt, den Kessel mit etwas Wasser ausspühlt und mit diesem den Rückstand auf dem Beutel nachwäscht. Die Lauge wird in den Kessel zurückgegeben, wieder angefeuert und bis zur Consistenz eines sehr dünnen Syrups langsam eingekocht, worauf man das Feuer grösstentheils entfernt und nur noch ein sehr gelindes unterhält.. Von jetzt ab muss die Masse mit einem Rührreisen oder mit einem Rührholze ununterbrochen durchgearbeitet werden, damit sie sich nicht festsetze. Sobald Etwas der warmen Masse, für kurze Zeit an die Luft gelegt, nicht mehr an den Händen festklebt und nach dem völligen Abkühlen sich zerbröckeln lässt, wird alles Feuer entfernt und die Heitzthür offen gelassen, aus Vorsicht aber mit dem Durchrühren noch eine Weile fortgefahren, damit wegen der im Mauerwerk und im Kessel befindlichen Hitze, die Masse namentlich am Boden des Kessels sich nicht festsetze und anbrenne. Nach einigen Stunden wird der essigsaure Kalk, in kleine Stücke zerbrochen, auf mit Papier belegten Horden ausgebreitet, in der Trockenkammer getrocknet, und, wenn vollkommen ausgedörrt, zu einem gröblichen Pulver zerstossen. Dasselbe hat eine schwach gelblichweisse Farbe und löst sich, unter Absetzen eines unbedeutenden Rückstandes in Form von gelblich-weissen Flocken, in Wasser auf. Man gebrauchte für 360 Quart oder 2 Oxhoft Essig 86 bis 92 Pf. Kreide und bei Anwendung von Kalkhydrat von 62 bis 70 Pf. desselben; an trocknem essigsaurem Kalk wurden zwischen 125 bis 132 Pf. erhalten.

Wenn der essigsaure Kalk nur zur Gewinnung von conc. Essigsäure dienen soll und nicht zugleich auch für die von Essigäther, dann kann die Arbeit um ein Bedeutendes abgekürzt werden.

Sobald nämlich die im Kessel abdampfende Lauge die Consistenz eines dünnen Syrups erreicht hat, setzt man für jedes

Oxhoft Essig 10 Pf. gepulverte Holzkohle hinzu und rührt bei mässigem Feuer so lange gut durch, bis Etwas der Masse an die Luft gelegt, nach geringem Abkühlen, sich leicht zerbröckeln lässt, worauf das Feuer entfernt und der Kesselinhalt, wenn nicht zu warm mehr, in ein Fass gegeben wird, das man mit einem passenden Deckel gut verschliesst. Durch diese Procedur wird, ohne dem Präparate für Abscheidung der Essigsäure, an seiner Güte Abbruch zu thun, an Zeit und Arbeitslohn gewonnen.

Kohlensaure Magnesia.

$$3\,(Mg\,O,\,CO_2 + HO) + (Mg\,O + HO).$$

(Basisch kohlensaure Magnesia, Kohlensaure Talkerde, Luftsaure Magnesia, Luftsaure Bitter- oder Bittersalzerde, Muriatische Erde; Magnesia carbonica, Magnesium oxydatum carbonicum, Magnesia alba, seu aërata, seu salis amari, seu nitri, Terra muriatica, Miraculum chemicum; Carbonate de magnésie, Sous-carbonate de magnésie; Carbonate of magnesia.)

Die cömmerzielle kohlensaure Magnesia stellt man entweder aus schwefelsaurer Magnesia und den natürlichen Bitterwassern (wie in England und Böhmen), oder aus Chlormagnesium, den Mutterlaugen der Salinen (wie in Deutschland), dar, und bedient sich zur Fällung derselben sowohl des kohlensauren Ammoniaks, wobei Salmiak, als auch des kohlensauren Kalis, wobei Chlorkalium, sowie man auch die genannten Magnesiasalze durch kohlensaures Natron zersetzt, wo hier, in dem einen Falle schwefelsaures Natron und in dem andern Chlornatrium als Nebenprodukte resultiren.

Ich habe kohlensaure Magnesia viele Jahre hindurch und in ansehnlichen Mengen aus Kochsalzmutterlauge bereitet, auch wohl aus dem schwefelsauren Magnesia-Kali ($KO + SO_3$, $Mg\,O + SO_3$, 6 HO) abgeschieden, welches wie bei dem Artikel »schwefelsaures Kali« bemerkt worden, in mehreren Kochsalzmutterlaugen und oft

Digitized by Google

in nicht unbedeutender Menge in demselben vorkommt, hier jedoch mehr als Nebenprodukt und das schwefelsaure Kali als Hauptprodukt betrachtet, und endlich auch einigemal aus künstlich dargestelltem Bittersalz, jedoch nur versuchs- und vergleichsweise, weil die Magnesia, in diesem Falle fabrikmässig dargestellt, sich zu theuer berechnete. Zum Niederschlagen der Magnesia aus der Mutterlauge diente kohlensaures Kali, weil das nebenbei gewonnene Chlorkalium mehr Werth hatte, als das bei Anwendung von kohlensaurem Natron erzeugte Chlornatrium, vorzüglich aber, weil der im ersten Falle erhaltene Artikel stets von leichterer Beschaffenheit ausfiel, wenn auch nicht weisser als die durch Natron niedergeschlagene Magnesia.

A. Herstellung der Pottaschenlauge.

Zur Bereitung der Magnesia ist allen übrigen Pottaschenarten die ungarische oder illyrische vorzuziehen, sowie auch eine in der Wesergegend bereitete gebraucht werden kann; die amerikanische ist ganz und gar zu verwerfen, weil sie, durch den bei ihrer Gewinnung hinzugesetzten Kalk erzeugtes, ätzendes Kali enthält.

Ein grosser eiserner Kessel wird etwa zur Hälfte mit Wasser gefüllt und dasselbe erwärmt, worauf man nach und nach ein Fass ungarischer Pottasche (500 bis 800 Pf.) einträgt und das Aufweichen der dicken Klumpen durch Umrühren mit einem eisernen Spatel zu befördern sucht. Wenn Alles zergangen ist, entfernt man das Feuer und prüft die Dichtigkeit der Lauge; ist dieselbe — warm — stärker als 40 bis 41° B., so muss ihr so viel Wasser zugesetzt werden, dass sie — kalt — bei 15 ° C. ein spec. Gew. von 1,40 oder 41 ° B. zeigt, worauf man sie über Nacht zum Abklären stehen lässt. Den nächsten Tag wird die klare Lauge abgezogen, in den eisernen Standkessel gegeben und darin zum Gebrauch aufgehoben; den unaufgelösten Rückstand benutzt man als »Pottaschenschlamm« für schwefelsaures Kali u. dgl. m.

B. Zubereitung der Mutterlauge.

Was die Mutterlauge betrifft, so wird dieselbe auf den Salinen meistens nicht stärker ausgeworfen als von 28 bis 29° B., weshalb man dieselbe, vorzüglich um das darin noch enthaltene

Digitized by Google

Kochsalz zu gewinnen, weiter zu 31 bis 33 ° B. (= 1,270 bis 1,290 sp. G.) eindampft. Enthält die Mutterlauge durchaus kein Chlorcalcium, dann wird sie in dem soeben angegebenen Zustande von Concentration (als eingekochte Mutterlauge) und ohne irgend eine weitere Behandlung damit vorzunehmen, direkt zur Bereitung von Magnesia verwendet. Macht das Chlorcalcium aber ebenfalls einen Bestandtheil der Mutterlauge aus, dann muss das Chlormagnesium durch Krystallisation vom ersteren getrennt werden, was auf die Weise geschieht, dass man die Mutterlauge in eisernen Pfannen langsam abdampft, bis eine herausgenommene und (etwas) erkaltete Probe 40 bis 42 ° B. (= 1,387 bis 1,414 sp. G.) zeigt, worauf sie zum Erkalten in zweckdienliche Gefässe abgelassen wird. Das Weitere über diesen Gegenstand ist bereits bei der Gewinnung der »Salzsäure« aus Chlormagnesium angegeben, weshalb darauf verwiesen werden kann.

Aus einer Mutterlauge aber, die sehr viel Chlorcalcium, und mehr von diesem als Chlormagnesium enthält, das letztere herauskrystallisiren lassen und für Herstellung von Magnesia benutzen zu wollen, ist nicht lohnend, da es schwer hält, das Chlormagnesium ganz kalkfrei zu bekommen.

Die krystallisirte (chlorcalciumfreie) salzsaure Magnesia wird, zur Verarbeitung für das Carbonat, in so viel klaren weichen Wassers aufgelöst, dass die Auflösung die Stärke von 31 bis 33°, im Mittel 32°, mithin die der eingekochten kalkfreien Mutterlauge erlangt hat.

C. Produktion der Magnesia.

Zum Niederschlagen bedient man sich $3\frac{3}{4}'$ hoher, aus $2\frac{1}{2}''$ starken Nadelholzbohlen gefertigter Bottiche, deren oberer Durchmesser 3′ 10″ incl. Holzstärke beträgt. Man stellt deren 12 bis 16 Stück auf einer 10 bis 12″ hohen starken Holzunterlage neben einander auf, so dass abwechselnd der eine Bottich zur Präcipitation der Magnesia, der andere aber zur Aufnahme eines Theils der dabei erhaltenen Chlorkaliumauflösung dient.

In jeden der Niederschlag-Bottiche — je zur Zeit in 4 derselben — gibt man 5 Eimer kalte Pottaschenlauge zu 41 ° und setzt, unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, in grösseren und kleineren Kreisen nnd in stets gleicher Richtung,

Digitized by Google

entweder von der rechten zur linken, oder umgekehrt von der linken zur rechten Seite, so lange eimerweise von der kalten 32grädigen Mutterlauge hinzu, bis der vorher sehr steife Brei wieder dünner zu werden anfängt, bis durch etwas frisch hinzugesetzte Mutterlauge, in dem gleichförmigen Magma, sich keine dicken Breiklumpen mehr zusammenballen und der nach dem Mittelpunkte zu sich sammelnde Schaum, beim Einhalten mit dem Umrühren, nicht blasig mehr stehen bleibt, sondern augenblicklich sich legt; es werden dazu 10 bis 11 Eimer Mutterlauge erfordert werden.

Die beim Umrühren des entstehenden Magnesianiederschlags bemerkten Vorsichtsmaassregeln scheinen kleinlich und pedantisch, und dennoch sind sie es in Wahrheit nicht; ein genaues Befolgen derselben trägt nicht wenig zu einer lockeren Beschaffenheit der späterhin gekochten Magnesia, nach deren Trocknen, bei. Das augenblickliche Sich-Legen und Zerfallen des dickblasigen Schaumes ist ein Zeichen, dass das kohlensaure Kali zersetzt und kein Zusatz von Mutterlauge mehr nöthig ist; denn man muss, um an Pottasche nichts einzubüssen, dahin sehen, dass die Mutterlauge in der Mischung etwas vorstehe. Es sind dies Handgriffe, die man sich durch Uebung bald aneignet, und die das Abfiltriren von Proben und Untersuchung derselben alsdann überflüssig machen.

Sobald die Versetzung der Pottaschenlauge mit Mutterlauge beendigt ist, fügt man dem Brei, unter stetem, ebenfalls kreisförmigem Umrühren, so lange eimerweise siedendes Wasser oder, ist man mit dem Magnesia-Niederschlagen im vollen Gange, statt dessen schwache Chlorkaliumlauge von 2 bis 8° B. stark und gleichfalls bis zu etwa 95° C. erhitzt hinzu, bis die Temperatur der dicklichen Flüssigkeit sich etwa 48 bis 52° Réaumur oder zu 60 bis 65° C. gesteigert hat, und wird man hiezu 11 bis 13 Eimer nöthig haben. Hierauf lässt man den Niederschlag stehen und behandelt in den 3 nächstfolgenden Bottichen Pottasche mit Mutterlauge auf gleiche Weise.

Nach anderthalb bis zwei Stunden wird man finden, dass der Brei in den Bottichen wieder sehr steif geworden — gequollen — und ist es ein Zeichen seiner Güte, wenn das hineingesteckte Rührholz fest in demselben stehen bleibt, ohne sich nach

Digitized by Google

der einen oder anderen Seite hinzuneigen, worauf dem Breie so viel kalte schwache Chlorkaliumlauge beigegeben und tüchtig durchgerührt wird, bis die Bottiche bis oben hin angefüllt sind, worauf man den Brei in den Bottichen gegen 24 Stunden ruhig stehen lässt.

Hat man beim Zusatz der heissen Digestivsalzlauge nach und nach die erforderliche Temperatur durch das Gefühl kennen gelernt, so wird mit der Zeit der Gebrauch des Thermometers dabei überflüssig.

Beim Niederschlagen sind drei Mann nöthig, und richtet man es sich am besten so ein, dass die Arbeit in den frühen Morgenstunden abgethan werde. Zwei Arbeiter besorgen das Füllen der eisernen Pfanne mit Chlorkaliumlauge und das Heitzen derselben, sowie das Eintragen der Pottaschenlauge in die Präcipitationsgefässe. Ist die in der Pfanne befindliche Flüssigkeit beinahe bis zum Sieden erhitzt, so wird mit dem Niederschlagen begonnen, und zwar besorgt der Aufseher das Umrühren, während die beiden Arbeiter das Zutragen der Mutter- und der Chlorkalium-Lauge übernehmen müssen.

Den nächsten Morgen richtet man sich zum Niederschlagen in den anderen 4 Präcipitationsbottichen ein und verfährt auf gleiche Art, wie vorhin angegeben worden. Nach dem Mittagessen wird mit dem Aussüssen der am Morgen des vorhergehenden Tages gefällten kohlensauren Magnesia in eigens für diesen und ähnliche Zwecke eingerichteten Apparaten begonnen. Für jedes Präcipitationsgefäss gehört ein Aussüsseapparat oder Filtrirbottich, deren man mithin 8 Stück hat. Ein solcher Apparat besteht aus einem Bottich und einer in denselben gestellten Pyramide. Der Bottich ist aus 2 zölligen Bohlen von Fichtenholz gefertigt, 4′ im Lichten tief, hat oben einen Lichtendurchmesser von $3\frac{3}{4}$′ und unten von $3\frac{1}{4}$′ und in der Mitte des Bodens ein $1\frac{1}{2}$″ weites Loch, welches von Aussen durch einen hölzernen Hahn oder Stopfer verschlossen werden kann. Oben, ganz dicht unter seinem Rande hat der Bottich 2 Löcher, in gerader Richtung einander gegenüber, durch welche kurze Stricke geschürzt werden, um durch diese und ein über die Pyramide gelegtes Holz, die letztere fest zu spannen.

Die Pyramide ist aus 1 zölligen, astfreien Fichtenholzbrettern zusammengezinket, unten offen, oben aber durch ein quadratisches,

Digitized by Google

eingelassenes Brett verschlossen; in ihre 4 Seiten sind $\frac{1}{2}$ zöllige Löcher eingebohrt und gut ausgeraspelt oder ausgebrannt, und sie haben deren so viele, als nur immer, ohne in einander zu splittern, angebracht werden können. Die ganze Aussenseite der Pyramide, ausser oben auf, ist mit loser Leinwand überzogen, welche durch kleine Nägel (auf den Seitenkanten) festgehalten wird; der am Boden der Pyramide offene $1\frac{1}{4}$" breite Rahmen ist doppelt mit Tucheggen oder Schroten benagelt, damit nichts vom Magnesiabrei zwischen dem Untertheil der Pyramide und dem Boden des Bottichs fortgehen kann.

Diese 8 Aussüsse-Apparate werden den 8 Niederschlage-Bottichen auf einer $1\frac{1}{2}$' hohen gezimmerten, starken Holzunterlage gerade einander gegenüber gestellt, und vor einem jeden Apparate ist auf die Weise ein $1\frac{1}{2}$' hoher und 2' 8" weiter, aus starkem Holz gefertigter Kübel (Vorsatzgilte oder Vorsatztubben) placirt, dass der Apparat zur Hälfte auf der Holzunterlage und seine andere Hälfte auf dem Kübel ruhet, damit man beim Oeffnen des in seinem Boden befindlichen Hahnes oder Stopfers die Lauge stark oder langsam in den Kübel abfliessen lassen kann.

Fig. 83. Fig. 84. Fig. 85.

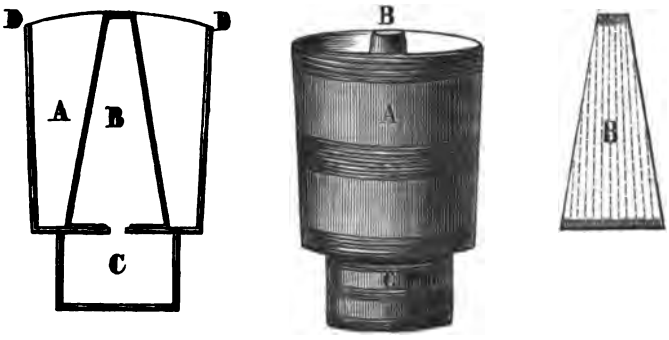


Fig. 83. Senkrechter Durchschnitt des Aussüsse - Apparates; A der Bottich, B die Pyramide, C der Vorsatz-Kübel, D das Spannholz;
Fig. 84. Ansicht des Aussüsse-Apparates;
Fig. 85. Ansicht der Pyramide B.

Digitized by Google

Beim Aufbringen des Niederschlags in das Aussüssegefäss hat man denselben mit dem Rührholze gut durchzuarbeiten und dann mittelst Eimern in den Raum zwischen den Bottichwandungen und Pyramide zu bringen, wobei man natürlich dafür zu sorgen hat, dass der Hahn zugedreht ist. Sobald der Apparat mit Brei gefüllt ist, lässt man die Lauge langsam durch den Hahn ablaufen, gibt nach und nach den übrigen Brei aus dem Bottich hinzu und bringt die abfliessende starke Lauge in ein nur für dieselbe bestimmtes dichtes oberhalb der Erde befindliches oder in dieselbe versenktes Reservoir. Hierauf wird der Hahn wieder verschlossen, klares, weiches Wasser auf den Brei gelassen und wiederholt so lange ausgewaschen bis das abfliessende Wasser nicht im Mindesten mehr salzig, sondern süss, vollkommen so rein wie das angewandte Wasser selbst schmeckt. Laugen zu 8 bis 7° B. erkennt man noch für siedewürdig, die schwächeren bringt man in die neben den Niederschlage-Gefässen stehenden Bottiche, um sie bei neuen Präcipitationen, wie oben angegeben, wieder zu verwenden und dadurch zu verstärken; die allerschwächsten Abwaschwasser werden in ein in der Nähe befindliches und für sie bestimmtes reines Bassin gelassen, um sie von da ab zum ersten Aussüssen frischer auf die Apparate gebrachter Niederschläge statt Wasser zu verwenden. Die ausgesüsste Magnesia wird, vor Schmutz und Staub geschützt, in grosse dichte Kasten oder Bottiche gebracht, von wo ab man dieselbe später kocht und formt.

Das Kochen der Magnesia geschieht in einem grossen kupfernen Kessel von 750 bis 850 Quart Inhalt. Man lässt zuerst 10 bis 12 Eimer (etwa 120 bis 144 Quart) klares, weiches Wasser in den Kessel laufen, worauf der Zulaufhahn abgesperrt wird, und man 8 Eimer voll des ausgesüssten Magnesianiederschlags durch Umrühren mittelst eines langen hölzernen Spatels in dem Wasser gehörig zertheilt und dann den Kessel bis fast zu $\frac{7}{8}$ seines Rauminhalts mit demselben weichen Wasser füllt. Hierauf wird Feuer gemacht, doch nur Holz gebrannt, und wenn der Kesselinhalt, welcher ununterbrochen langsam gerührt werden muss, damit der Brei schwebend erhalten bleibt, eine Temperatur von etwa 50° C. erreicht hat, ist es am besten, dünn gespaltenes leichtes Holz oder Reisig (Wasen oder Wellen) zu brennen, um ein rasches oder lebhaftes Feuer zu haben. Der im Wasser suspendirte Brei

Digitized by Google

wird bei zunehmender Temperatur mehr und mehr quellen und, wenn der Kessel anfängt — zu singen — und sein Inhalt nahezu den Siedepunkt des Wassers erreicht hat (96 bis 97° C.), werden sich auf der Oberfläche desselben grosse trübe Blasen zeigen, er selbst aber wird beim Umrühren dicklich erscheinen und das Ansehen von gekochtem Milchreis erhalten; die Operation des Kochens ist dann beendigt, das Feuer wird gänzlich unter dem Kessel weggenommen und die Magnesia in die Formen gegeben.

Der Form-Apparat besteht aus einem Troge, aus 2 langen Brettern, aus 2 Kasten ohne Böden und aus mehreren kleineren und grösseren Brettchen; alle zu dieser Vorrichtung nöthigen Theile sind aus Nadelholz gemacht, und zu den Kasten, Brettern und Brettchen muss möglichst astfreies Material verarbeitet werden.

Fig. 86.

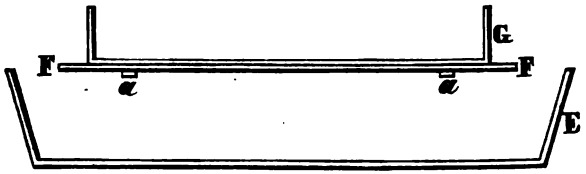


Fig. 87.

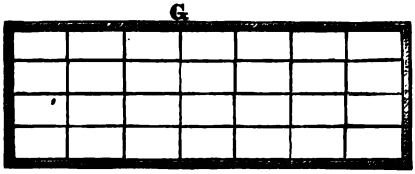


Fig. 86 stellt den Trog E, das Brett F und den Kasten G im senkrechten Längendurchschnitt dar.

Fig. 87 ist der Kasten G von Oben gesehen, mit den in den Magnesiabrei gesteckten 6 grösseren und 21 kleineren Brettchen.

Digitized by Google

Der Trog E ist 1 ½" stark und gezinket, dabei 5' 3" lang, 2' 3½" breit und 9¼" hoch im Lichten, von Oben sind 2 Leisten a a in denselben eingelassen, auf welche die Bretter F F zu liegen kommen und auf diese wieder die Kasten G gestellt werden. Ueber die Kasten weg werden zwei Handhaben gelegt, welche auf der einen Seite des Troges in einem hölzernen Charnir liegen und auf der entgegengesetzten Seite mittelst Stricken angezogen und festgespannt werden, damit sich der Kasten nicht verschieben kann. Man hat auch noch einmal so weite, aber nicht längere Tröge, welche zur Aufnahme von zwei Brettern und zwei Kasten dienen.

Das Brett F ist 4' 10" lang, 1' 9½" breit und 1 ¼" stark, ist ganz waagerecht abgehobelt, hat unten 2 Leisten, damit sich dasselbe nicht (so leicht) verzieht.

Der Kasten G ist gezinket, hat eine Länge von 4' 3", bei einer Breite von 1' 5 ½", ist 1 ¼" stark im Holz und auf der einen, der unteren oder Bodenseite mit Tucheggen oder Schroten benagelt.

Der Trog hat, nach einer seiner schmalen Seiten zu, einen sehr geringen Fall, damit die von der Magnesia abrinnende Flüssigkeit durch eine dicht über dem Boden angebrachte Oeffnung gänzlich abfliessen kann, und wird von hier in einer Rinnenfahrt, welche das Wasser von allen Trögen aufnimmt, in einen halb in die Erde versenkten hölzernen Behälter geleitet; das hier gesammelte Wasser wird zu der nächsten Kochung mittelst einer hölzernen Pumpe in den kupfernen Kessel getrieben oder mit Eimern hineingetragen und zum Kochen einer neuen Portion Magnesiabrei mitbenutzt. Während nun der Trog einen geringen Fall hat, müssen Brett und Kasten vollkommen horizontal auf demselben stehen, damit die Magnesiastücke nach allen Seiten hin gleichmässig dick werden. Zum Formen der Magnesia gebraucht man für jede Kochung 8 Bretter und eben so viele Kasten, die durch einen der Arbeiter, während ein anderer das Kochen besorgt, auf die stets stehen bleibenden Tröge gestellt und festgespannt werden. Ein Arbeiter füllt hölzerne Eimer mit der gekochten Magnesia und zwei andere leeren dieselben in die Formkasten aus, und zwar der Reihe nach in jeden Kasten erst einen Eimer voll, dann in jeden Kasten den zweiten

Digitized by Google

Eimer voll und so fort, bis der Kessel entleert ist. Während die Flüssigkeit durch die zwischen den Kasten und Brettern befindlichen Tucheggen von der Magnesia abzieht, wird, ebenso wie das erste Mal, für eine zweite Kochung zugerichtet und nebenbei das eigentliche Formen der Magnesia oder das Abtheilen in Stücke ausgeführt, — die Magnesia wird gestochen. Man löst die Stricke der Handhaben oder Spannhölzer, schlägt dieselben zurück und streicht mit einem 15″ langen und dünnen Brettchen die Oberfläche des Breies, der Länge des Kastens nach, gerade. In den Brei selbst werden nun, in der Breite, 6 Stück 15″ lange, 9 bis 9½″ hohe und knapp ¼″ dicke Brettchen in der gehörigen Entfernung — welche auf dem Kastenrande oder oben im Kasten durch eingefurchte Reifen angegeben ist — perpendikulair hineingesteckt, und der Länge nach steckt man, in der richtigen Entfernung, in den Brei 21 Stück kürzere Brettchen von 9 bis 9½″ Höhe und knapp ¼″ Stärke ebenfalls hinein, wodurch 28 Stück Magnesia entstehen. Während ein Arbeiter das Kochen besorgt, heben zwei andere vorsichtig die Kasten von der geformten Magnesia ab, tragen die mit ihr belasteten Bretter in ein im Arbeitslokale angebrachtes Repositorium, legen frische Bretter auf die Querhölzer in den Trögen, setzen auf dieselben die vorhin gebrauchten, in einem Zuber (Tubben) mit Wasser — welches dadurch Magnesia suspendirt enthält — abgewaschenen Kasten, legen die Spannhölzer wieder über und befestigen mit Stricken wie das erste Mal. Ist die zweite Kochung fertig, dann wird mit dem Ausfüllen, Formen der Magnesia u. s. w. ebenso verfahren, wie mit der ersten Kochung; und so kocht man auf die angegebene Weise denselben Tag zum dritten Male. Es kann ein um den andern Tag, also wöchentlich drei Tage oder 9 Mal gekocht werden. Man lässt die gekochte Magnesia bis Nachmittag des nächstfolgenden Tages in dem Gebäude stehen, worauf man die mit ihr besetzten Bretter, mittelst einer Winde, auf den luftigen Trocken- oder Magnesiaboden aufzieht, woselbst die Stücke noch einige Tage auf den Brettern stehen bleiben. Sind dieselben so weit abgetrocknet, dass sie sich von den Brettern abnehmen lassen, ohne zerdrückt zu werden, dann hebt man jedes Stück mittelst zwei abgehobelter ¼″ starker Brettchen, der Länge ab, legt die Stücke in eins der Repositorien, die in langen Reihen auf dem Boden aufgeführt sind, und wenn sie hier noch mehr abgetrocknet sind, dann werden sie

Digitized by Google

auf ihre Hochkanten gestellt und öfters umgewandt, was man am besten durch Frauenzimmer besorgen lässt.

Nach dem völligen Austrocknen werden die Stücke in die sogenannte »Putzkammer« gebracht, woselbst sie zweimal mit Messern abgeschabt oder geputzt werden. Den ersten Abputz, welcher Staub und Schmutz enthält, aus der Luft auf die Stücke während des Trocknens gefallen, gebraucht man zum Sättigen saurer Bittersalzlauge oder als Zusatz zu einer ordinairen Sorte Bremerblau u. s. w.; den zweiten und besseren Abputz, von welchem eine weit geringere Menge als von dem ersten erhalten wird, verwendet man zum Theil zum Verpacken der Stücke — da er eben so gut als diese selbst ist — in Kisten von 25 Pf., 50 Pf. und 100 Pfund Netto-Gewicht.

Die abgeputzten Stücke sind von 6½ bis 7″ lang, von 3½ bis 4″ breit und von 4 bis 4¼″ hoch. Man formt die Stücke auch wohl kleiner, von 3 bis 4″ Länge bei 2″ Breite und 2″ hoch, und diese haben den Vorzug, dass sie leichter trocknen.

Es ist nicht gerathen, mit dem Magnesia-Kochen zu weit in den Herbst hineinzugehen; denn, wenn bereits gekochte, in Stücke geformte und also noch feuchte Magnesia friert, dann reissen die länglichen Vierecke und zerspringen beim Aufthauen in grössere und kleinere Stücke, welche nicht gut verkäuflich sind, sondern für andern Bedarf, in der Fabrik selbst, verwendet werden müssen. Hat man nun bei eintretenden starken Nachtfrösten noch Magnesia auf dem luftigen Trockenboden stehen und gewähren die mit Thüren verschlossenen Luken keinen Schutz mehr, dann hat man dieselbe von dem Boden zu entfernen und in erwärmten Räumen langsam und vollends auszutrocknen.

Ich habe versucht, gefrorene Magnesia und auch den zweiten (den reinen) Abputz in Wasser aufzuweichen, den Brei durch ein dichtes Spansieb laufen zu lassen und frischer Magnesia beim Kochen wieder zuzusetzen. Das geht in ganz kleinen Mengen ganz gut, allein setzt man zu viel zu, dann knackt und zerreisst die neuerdings geformte Magnesia leicht beim Trocknen, ist dichter, nicht so locker und fällt meistens auch nicht leicht genug aus.

Es ist gut, den (noch nicht gekochten) Magnesia-Niederschlag tüchtig ausfrieren zu lassen, weshalb man das Niederschlagen

Digitized by Google

und Aussüssen von Magnesia so lange im Herbst fortsetzt, als es die Temperatur der Luft immerhin zulässt, einmal, weil man dann im Frühling gleich Vorrath zum Kochen hat, und namentlich auch, weil der ausgefrorene Brei — in der Regel — die beste und lockerste Magnesia gibt.

Die Ausbeute des Präparats anlangend, so erhält man von 100 Pf. ungarischer oder illyrischer Pottasche 56 Pf. geputzte, verkäufliche kohlensaure Magnesia und 75 bis 82 Pf. trocknes verkäufliches Chlorkalium (für Alaunwerke).

Um aus dem schwefelsauren Magnesia-Kali durch Vermischung mit kohlensaurer Kali-Auflösung, kohlensaure Magnesia darzustellen, dürfen die Auflösungen der beiden Salze nicht zu concentrirt angewendet werden — 1 Theil des Magnesiasalzes für 12 Theile weiches Wasser und die Pottaschenlauge mit Wasser zu 25° B. = 1,20 sp. Gew. verdünnt —; die Kalisolution setzt man kalt der zu 55 bis 60 ° C. erwärmten Auflösung des Doppelsalzes hinzu und hat man dafür zu sorgen, dass das gebildete, in der Flüssigkeit enthaltene schwefelsaure Kali möglichst schnell von der kohlensauren Magnesia getrennt und dieselbe ausgewaschen werde. Die in diesem Falle erhaltene Magnesia hat, nach dem Trocknen, allerdings eine untadelhafte, blendendweisse Farbe; ist, wenn gleich leicht, dennoch stets etwas körnig und hat keinen recht dichten Zusammenhang, weshalb die Stücke leicht zerbröckeln. Das schwefelsaure Magnesia-Kali wurde vorzüglich zur Gewinnung von schwefelsaurem Kali verarbeitet und das Magnesia-Carbonat wohl mehr als Nebenprodukt betrachtet. Man erhielt von 200 Pf. des Doppelsalzes, durch Pottasche zersetzt, 36 Pf. geputzte kohlensaure Magnesia und 140 Pf. schwefelsaures Kali.

Wenn statt Pottaschen-Auflösung kohlensaures Natron zur Zersetzung des Doppelsalzes angewandt wird, dann kann man die Auflösung des letzteren schon concentrirter machen, weil sich statt des schwefelsauren Kalis das leichter auflösliche Glaubersalz bildet, und nur derjenige Antheil des ersteren sich in der Auflösung befindet, welcher schon fertig gebildet in dem Doppelsalze enthalten war.

Bei Anwendung von Bittersalz erhielt man aus 50 Pf. desselben und aus 83⅓ Pf. krystallisirter Soda, kalt niederge-

Digitized by Google

schlagen, 18 Pf. kohlensaure Magnesia, freilich sehr weiss und leicht, welche, bei wenig Zusammenhang, aber schwer zu formen war.

Die commerzielle Magnesia kömmt in länglich viereckigen Stücken von 3 — 4 — 7″ Länge und von 2 bis 3″ Breite und gleicher Höhe vor, ist weiss, leicht zerreiblich, gibt ein zartes Pulver, ist geruch- und geschmacklos und in sehr geringer Menge in Wasser löslich. Dieselbe ist zu prüfen: auf Kieselerde (wovon die mittelst Pottasche bereitete hin und wieder Spuren enthält), Kalk, Thonerde, Schwefelsäure, Salzsäure, Eisen.

Gebrannte Magnesia.

Mg O.

(Magnesiumoxyd, Calcinirte Magnesia, Reine Talkerde, Bitter- oder Bittersalzerde; Magnesium oxydatum purum, Magnesia usta, seu pura, seu calcinata, Terra muriatica, Terra solis amari; Magnésie, Magnésie calcinée légère; Calcined Magnesia.)

Um die Kohlensäure aus der kohlensauren Magnesia zu treiben, bedient man sich grosser hessischer Schmelztiegel, sogenannter Rothgiesser, auch wohl ausgedrehter blanker eiserner Kessel, die in Mauerwerk eingesetzt sind; es kann aber auch die kohlensaure Magnesia — und zwar billiger — in irdenen Töpfen, im Ziegelofen gebrannt werden.

Abgeputzte Magnesiastücke, die zum Verpacken zu klein und in Bezug auf Form zu unansehnlich sind, werden zerbröckelt und ein Rothgiesser fast ganz damit angefüllt. Man stelle den Tiegel in einen aus Backsteinen aufgeführten Ofen, der inseits mit Charmottesteinen rund ausgemauert ist und auch für andere derartige Zwecke dienen kann, bedecke den Tiegel mit einem aus Tiegelmasse gefertigten und in der Mitte ein einzölliges Loch habenden Deckel und feuere mit gut ausgebrannter Holzkohle. Sobald der

Digitized by Google

Tiegel glüht, wird die Magnesia hin und wieder mit einem polirten Eisenstabe vorsichtig umgerührt und, wenn dieselbe durch und durch glüht, nehme man eine Probe heraus, lasse erkalten und schütte sie in ein Glas, in welchem sich verdünnte Schwefel- oder Salzsäure befindet. Wenn dadurch ein Brausen oder Aufperlen entsteht, muss noch so lange geglüht werden, bis eine neue Probe in die verdünnte Säure gebracht, ruhig zu Boden sinkt und, ohne irgend eine Spur von Gas zu entwickeln, bald darauf sich auflöst. Jetzt hebe man den Tiegel aus dem Ofen empor, stelle ihn auf das Mauerwerk desselben und nachdem der Tiegel ausserhalb von anhängenden Aschentheilchen gereinigt ist, wird er auf eine polirte Eisenplatte ausgeleert oder man nimmt seinen Inhalt mit einem rostfreien blanken eisernen Löffel heraus, worauf derselbe abermals mit kohlensaurer Magnesia gefüllt und dieselbe auf gleiche Weise geglüht wird. Man fährt damit so lange fort, bis eine genügende Menge calcinirter Magnesia vorräthig ist. Nach jedesmaligem Entleeren des Tiegels wird die Magnesia vor dem völligen Erkalten in Flaschen gegeben, die mit passenden Korken verschlossen werden müssen.

Das Calciniren der Magnesia im eisernen Kessel kommt billiger zu stehen, weil, statt der theuren Holzkohle, Coks oder Steinkohle gebrannt werden kann, und gelingt ebenso gut, wenn man darauf Acht gibt, dass der ausgedrehte Kessel blank und vollkommen rostfrei ist und durchaus keine Vertiefungen durch anderweitigen Gebrauch im Boden erhalten hat.

Was das Brennen der kohlensauren Magnesia im Ziegelofen belangt, so ist dies Verfahren unstreitig das billigste, vorausgesetzt, dass man einen solchen in der direkten Nähe hat; nur darf man zu gleicher Zeit keinen Kalk mit im Ofen brennen, weil in diesem Falle die Magnesia zu leicht durch Staubtheilchen desselben verunreinigt werden dürfte.

Ich habe sehr oft im Ziegelofen, in solchen Töpfen, Magnesia calcinirt, wie ich mich deren bei Bereitung des Schwefelbaryums und Schwefelstrontiums bediente, und wurde durch das Resultat stets zufrieden gestellt.

Die Töpfe werden mit abgeputzten Magnesiastückchen, die kleiner und grösser, die grössten ein Hühnerei dick sein können, beinahe voll gefüllt, die Deckel aufgelegt, ohne verstrichen zu

werden, und darauf an solche Plätze im Ofen gestellt, wo die mindest grosse Hitze stattfindet, und von wo aus die Töpfe nach dem Brande leicht und so bald als möglich und vor dem Erkalten herausgenommen werden können. Beim Oeffnen der Töpfe ist der Inhalt eines jeden auf Kohlensäure zu prüfen, und sehr selten habe ich einen solchen gefunden, dessen Magnesia noch nicht vollkommen entkohlensäuert sich zeigte.

Von 30 Pf. kohlensaurer wurden $12\frac{1}{8}$ Pf. calcinirte Magnesia erhalten. Dieselbe ist ein rein weisses, zartes, lockeres, geschmack- und geruchloses Pulver, welches in sehr geringer Menge in Wasser auflöslich und zu untersuchen ist auf Kohlensäure und auf andere bei der »kohlensauren Magnesia« angegebene Verunreinigungen.

Schwefelsaure Magnesia.

$$Mg\,O,\,SO_3 + 7\,HO.$$

(Bittersalz, Englisches, Epsom-, Seidlitzer oder Saidschützer Salz, vitriolsaure Bittererde; Magnesium oxydatum sulphuricum, Magnesia sulphurica, Sal amarum, S. anglicum, S. seidlitzense, Magnesia vitriolata; Sulfate de magnésie, Sel amer; Sulphate of magnesia, Bittersalt, Epsomsalt.)

Die schwefelsaure Magnesia wird direkt durch das Verdampfen natürlicher Bitterwasser bis zur Krystallisation und auf künstlichem Wege aus Kochsalzmutterlauge (welche kein oder nur sehr wenig Chlorcalcium enthalten darf) und Eisenvitriol, wie bei dem Artikel »Glaubersalz« ausführlich angegeben wurde und wo, in diesem Falle, Bittersalz und Eisenchlorür resultiren, gewonnen; ferner aus Mutterlauge von der Gewinnung des Seesalzes im Winter bei Frostkälte, aus Magnesit, Dolomit, Bitterkalk, durch Behandlung derselben mit Schwefelsäure und Trennen des zugleich mit entstandenen Gypses, sowie durch Auflösen des aus Kochsalzmutterlauge präcipitirten Magnesiahydrats in Schwefel-

Digitized by Google

säure, durch Zersetzung der Kochsalzmutterlauge mittelst Glaubersalz; als Nebenprodukt bei der Destillation von Salzsäure aus Chlormagnesium und Schwefelsäure, und bei der von Essigsäure aus essigsaurer Magnesia und Schwefelsäure u. dgl. m.

A. Aus Chlormagnesium und Glaubersalz.

In eine aus Eisenblech gefertigte Pfanne von mindestens 100 Quadratfuss Bodenfläche und 10 bis 12″ Bordhöhe lasse man ½″ hoch Wasser laufen und fülle sie dann zu ⅔ ihres Inhalts mit Kochsalzmutterlauge von 31 bis 32° B., welche kein oder nur sehr wenig Chorcalcium enthält, an. Macht Chlorcalcium einen nicht unbedeutenden Bestandtheil derselben aus, dann ist es vortheilhafter, das Chlormagnesium zuerst durch Krystallisation abzuscheiden, dasselbe wieder in Wasser zu der angegebenen Stärke der Mutterlauge aufzulösen und — statt vorher mit Mutterlauge — mit dieser Auflösung die Pfanne zu beschicken. Die Pfanne wird angefeuert und, wenn die Lauge anfängt sich zu erwärmen, krystallisirtes Glaubersalz durch Umrühren in derselben aufgelöst. Der Kubikfuss einer 31- bis 32grädigen Mutterlauge wiegt 79 bis 81 Pf. und wenn dieselbe nichts weiter enthielte als Chlormagnesium, so wäre die erforderliche Menge Glaubersalz leicht zu berechnen, da jedoch der Chlormagnesiumgehalt in den verschiedenen Mutterlaugen ebenso verschieden ist, wie in den Salzsoolen, von denen sie abstammen und oft schon in sehr geringer Entfernung (ihrer Constitution nach), ebenso verschieden unter einander sind, so muss man zuvörderst den Chlormagnesiumgehalt seiner Mutterlauge kennen lernen, um die entsprechende Menge Glaubersalz in ihr aufzulösen.

Für jede der in der Pfanne in Auflösung befindlichen 100 Pf. krystallisirten Chlormagnesiums (oder als wasserleer berechnet = 52 Pf.) nehme man 140 Pf. krystallisirtes Glaubersalz und obschon diese Menge nach der Rechnung zu gering sein dürfte, so ist es dennoch besser, dass dem zu erhaltenden rohen Bittersalze eher etwas Chlormagnesium anhänge, als dass es Glaubersalz enthalte, da beim Umkrystallisiren des Bittersalzes das erstere leichter abgeschieden werden kann, während es schwer hält, ja fast unmöglich ist, das letztere gänzlich daraus zu entfernen.

Die in der Pfanne befindliche gemischte Lauge wird zu 50° C.

erwärmt und — genau bei dieser Temperatur erhalten — langsam verdunstet, bei welcher die beiden Salze sich zersetzen, das gebildete Kochsalz fällt nieder, wird mittelst eiserner Krücken an die Seiten gezogen und auf Körbe geschlagen, die man über der Pfanne aufstellt, damit die anhängende Lauge zurück in dieselbe abtröpfele. Wenn die Lauge stark läuft, d. h. wenn sich über deren ganze Fläche hin eine Haut zieht und dieselbe dabei 33 bis 34° B. zeigt, nimmt man mit einem Glasschälchen — ein Stück von einer zerbrochenen Retorte oder Kolben — eine Probe heraus, lässt dieselbe in der Nähe der Pfanne, jedoch nicht bis zum völligen Erkalten, stehen und sieht, ob sich Kochsalzkrystalle ausgeschieden haben; wenn dies der Fall, muss noch weiter eingedunstet werden. Sobald indess bei weiteren Proben kein Kochsalz mehr ausfällt, entfernt man das Feuer und bringt die Lauge zur Krystallisation in hölzerne mit Blei ausgelegte flache Kasten. Nach 1 bis 3 Tagen, je nach der äusseren Temperatur, wird das Bittersalz auf dichtgeflochtene Körbe geschlagen, die Lauge zurück in die Pfanne gegeben, bis zum Erscheinen einer starken Salzhaut verdunstet und abermals zur Krystallisation abgelassen. Wenn sich die Laugenmenge bedeutend vermindert hat, fügt man dieselbe neueren Ansätzen hinzu.

Hat man einen Vorrath des rohen Salzes gesammelt, dann wird so viel davon in einem grossen eisernen Kessel in kochendem Wasser aufgelöst, bis auf der Oberfläche der Auflösung eine dünne Salzhaut erscheint, worauf man etwa ¼ Quart Magnesiahydrat mit Wasser zum dünnen Brei anrührt, mit der Lauge durch Umrühren gut vermischt und bis zu 34° B. eindampft. Der Zusatz des Magnesiahydrats hat zum Zweck, etwa vorhandenes Eisensalz zu zersetzen. Jetzt legt man einen gut passenden Deckel auf den Kessel, entfernt das Feuer und lässt 1½ Stunde ruhig stehen, worauf die geklärte Lauge in flache, dichte, hölzerne oder in mit mit Blei ausgelegte hölzerne Kasten, welche im Keller oder unter einem Schuppen kalt stehen, zur Krystallisation gebracht wird; die letzte im Kessel befindliche, etwas trübe Flüssigkeit filtrirt man im Spitzbeutel durch etwas Kohle und gibt dieselbe gleichfalls in die Kasten.

Nach beendigter Krystallisation wird das Salz losgemacht, auf Körbe geschlagen und mit etwas Lauge abgewaschen, die letztere aber zurück in den Kessel gegeben, Wasser zugesetzt, zum Kochen

Digitized by Google

erhitzt, durch frischen Zusatz von rohem Salze zu der oben angegebenen Concentration gebracht, und im Uebrigen verfahren, wie das erste Mal.

Man setzt diese Arbeiten abwechselnd so lange fort, als noch, in Bezug auf Reinheit und Weisse, ein tadelloses Bittersalz erhalten wird. Sollten spätere Anschüsse nicht rein weiss mehr erscheinen, einen gelblichen Teint bekommen und sollte das Salz die chemische Prüfung auf seine Reinheit nicht aushalten, dann wird es, wenn mehr davon angesammelt ist, durch Auflösen in Wasser, Behandlung mit Kohle und Umkrystallisiren gereinigt.

Das fertige Bittersalz wird auf, mit Papier belegten, Horden oder auf einem mit Leinwand überzogenen grossen Rahmen an der Luft getrocknet und später in Fässer verpackt.

Man erhält von 100 Pf. krystallisirtem Chlormagnesium und 140 Pf. krystallisirtem Glaubersalz von 100 bis 105 Pf. Bittersalz und, wenn richtig verfahren, von untadelhafter Beschaffenheit, und an Kochsalz von 50 bis 55 Pf.

B. Aus Destillationsrückständen u. s. w.

Die Rückstände von der Destillation der Salzsäure aus Chlormagnesium, in gläsernen Retorten — auch wohl in einer eisernen Kesselblase — und die von der Destillation der Essigsäure aus essigsaurer Magnesia, in eisernen Blasen, werden in einen grossen Bottich oder in ein tiefes, viereckiges hölzernes Gefäss, das eine oder das andere mit Blei ausgelegt, gegeben, unter Einwirkung von hineingeleitetem Dampf, in Wasser gelöst; die saure Auflösung wird durch Abfälle vom ersten Putzen der kohlensauren Magnesia oder sonstige nicht verkäufliche Magnesiarückstände oder durch Magnesiahydrat, wie dieses bei Zersetzung der Kochsalzmutterlauge durch Kalkhydrat (m. s. Chlorcalcium) erhalten wird, neutralisirt. Oder, wenn man nicht im Besitz der genannten Destillationsrückstände ist, füllt man das verbleiete, hölzerne Gefäss zu $\frac{2}{3}$ seines Inhalts mit zu 18 bis 20° B. mit Wasser verdünnter Kammersäure an, erwärmt durch Dampf und setzt unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel so lange Magnesiahydrat oder Magnesiaabfälle hinzu, bis die saure Reaction der Flüssigkeit vollkommen verschwunden ist. Nachdem die Unreinigkeiten sich zu Boden gesetzt

haben, wird die klare Lauge durch, an dem Gefässe angebrachte, hölzerne Hähne oder mittelst bleierner Heber abgelassen und in eine eiserne Pfanne, unter Zusatz von etwas Magnesiahydrat, zum Verdunsten gebracht; der Bottich wird auf's Neue mit Destillationsrückständen oder mit verdünnter Kammersäure beschickt, mit Magnesiahydrat gesättigt und die geklärte Lauge gleichfalls in der Pfanne verdunstet. Was die Concentration der zu krystallisirenden Lauge und das übrige bei diesem Verfahren zu Beobachtende anlangt, so geschieht solches auf dieselbe Weise, wie oben angegeben worden ist.

Das Bittersalz krystallisirt, mit 51 Proc. Wasser verbunden, in farblosen vierseitigen Säulen mit vierflächiger Zuspitzung, kommt im Handel in Form von Nadeln vor, ist geruchlos, besitzt einen bittern, salzigen Geschmack, verwittert nur wenig, löst sich in 3 Th. Wasser von 15° C. und in $1\frac{1}{8}$ Th. siedendem auf, nicht in Alkohol. Dasselbe ist zu untersuchen: auf Salzsäure, Kalk, Kali, Natron, Ammoniak, Thonerde, Eisen, Zink, Kupfer.

Essigsaure Magnesia.

$$Mg\,O + \overline{A}.$$

(Magnesium oxydatum aceticum, Magnesia acetica; Acétate de magnésie; Acetate of magnesia.)

Essigsaure Magnesia wird aus gewöhnlichem Speiseessig und Abfällen von kohlensaurer Magnesia oder mittelst feuchtem Magnesiahydrat bereitet und, als eingedickte Masse, zur Darstellung von Essigsäure verwendet.

Sechs Oxhoft (= 1080 Quart) selbstbereiteter Essig werden in einen dichten, aus zweizölligen Fichtenbohlen gefertigten Behälter gebracht; unter Umrühren setzt man so lange Magnesiahydrat hinzu, als sich darin auflöst und bis die Flüssigkeit voll-

Digitized by Google

kommen neutrale Reaction zeigt. Man lässt die Auflösung einige Stunden stehen, worauf durch den oberen der beiden Hähne — dieser ohngefähr 2″ und der untere etwa ½″ oberhalb dem Boden angebracht — von der klaren Lauge abgezapft und ein grosser, mehr weiter als tiefer, gusseiserner Kessel damit angefüllt wird. Es wird Feuer gemacht und, wenn die Lauge etwa zur Hälfte langsam eingekocht ist, füllt man von dem hölzernen Gefässe Flüssigkeit nach und fährt so fort, bis dieselbe auch aus dem unteren Hahne abgelassen ist und alle klare Lauge sich im Kessel befindet. Auf den Rückstand im Laugenbehälter bringt man wieder Essig, sättigt denselben mit Magnesia ab und kocht diese Lauge später für sich ein. Wenn nach einigen derartigen Operationen der Bodensatz sich so angehäuft hat, dass derselbe beim Oeffnen des unteren Hahnes als Schlamm hervorquillt, hat ein Arbeiter in das Gefäss zu steigen und denselben mittelst eines Besens durch die untere Oeffnung hinauszukehren und in einem vorgesetzten Kübel zu sammeln; man bringt den Schlamm auf Spitzbeutel oder auf ein grosses über einen Rahmen gespanntes leinenes Tuch, um die anhängende Lauge zu erhalten, den Rückstand wirft man als nutzlos fort.

Sobald die Lauge vom ersten Ansatze so weit eingekocht, dass der Kessel etwa noch zur Hälfte damit angefüllt ist, vermindert man das Feuer und lässt, ohne zu kochen, dieselbe nur abdampfen, bis sie die Consistenz eines dünnen Syrups erlangt hat. Dieser Lauge setzt man darauf etwa halb so viel Kohlenpulver hinzu, als Magnesiahydrat (im trocknen Zustande berechnet) verbraucht worden war und dampft, unter stetem Durcharbeiten mit einem Rührholze oder Rührreisen, so weit ein, bis eine herausgenommene Probe, nach dem Erkalten, sich leicht zerbröckeln lässt, worauf das Feuer gänzlich entfernt wird; man rührt noch einige Zeit durch, damit sich der Artikel an dem Kesselboden nicht festsetze und füllt ihn dann zum Gebrauch in Fässer, welche mit Deckeln verschlossen werden müssen.

Zu den angewandten 6 Oxhoft oder 1080 Quart Essig wurden 210 Pf. Magnesiahydrat und 90 Pf. Kohlenpulver verbraucht und es wurden gewonnen 495 Pf. kohlehaltige (oder 405 Pf. kohlefreie) essigsaure Magnesia.

Reine Thonerde.

$Al_2 O_3 + 3 HO$.

(Aluminiumoxyd, Alaunerde; Aluminium oxydatum, Alumina seu Argilla pura; Alumine hydratée pure; Pure hydrated Alumina.)

Im silbernen Kessel wurden 12 Pf. gereinigter, vollkommen eisenfreier Alaun in 10 Quart destillirtem Wasser kochend aufgelöst; die Auflösung goss man in einen Bottich, in welchem sich bereits 10 Eimer (120 Qt.) gleichfalls destillirten Wassers befanden und setzte darauf, unter Umrühren mit einem reinen hölzernen Spatel, so lange eine Auflösung von Weinstein-Kali in kleinen Portionen hinzu, als noch Aufbrausen entstand und in einer abfiltrirten Probe, auf Zusatz der Weinstein-Kaliauflösung, keine Trübung mehr hervorgebracht wurde.

Man lässt den Präcipitat sich lagern, giesst nach 24 Stunden die klare Flüssigkeit ab, bringt denselben auf einen leinenen Spitzbeutel; wenn nichts mehr abtropft, gibt man ihn zurück in den Bottich, füllt denselben mit destillirtem Wasser an, rührt gut durch und lässt abermals zum Absetzen ruhig stehen. Die Flüssigkeit wird nach dem Klären abgegossen, wieder Wasser auf den voluminösen Niederschlag gegeben und dies so lange fortgesetzt, bis das Wasser nicht mehr alkalisch reagirt. Der Niederschlag wird wieder auf dem Spitzbeutel gesammelt, und wenn das anhängende Wasser abgelaufen, bringt man die gelatinöse Masse in eine oder zwei grosse irdene Schüsseln, setzt dieselben zum Erwärmen ins Sandbad und fügt, unter beständigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, so lange reine Salzsäure hinzu, bis vollständige Auflösung erfolgt ist.

Diese Auflösung wird in den vorher mit heissem destillirtem Wasser ausgebrühten Bottich zurückgegeben, und derselbe zur Hälfte mit kaltem destillirtem Wasser gefüllt, worauf man Aetzammoniaksolution im Ueberschuss zusetzt. Man lässt den voluminösen Präcipitat, wie vorhin geschehen, absetzen, giesst dann die klare Flüssigkeit ab und wiederholt dies dann so lange, bis derselbe ausgesüsst ist, worauf man ihn auf einen Spitzbeutel bringt und auf demselben noch mit etwas Wasser nachwäscht. Sollte das von demselben abfliessende Waschwasser durch Silber-

Digitized by Google

solution noch etwas getrübt werden, so ist es nöthig, den Niederschlag nochmals in den Bottich zurückzugeben, mit Wasser zu übergiessen, setzen zu lassen, zu decantiren und dann wieder auf den Beutel zu bringen, da es bei der gelatinösen Beschaffenheit des Präcipitats längere Zeit dauert und schwer hält, die letzten Salztheile durch Waschen auf dem Beutel zu entfernen. Wenn das Abtropfen vom Beutel aufgehört hat, wird derselbe etwas gerüttelt, um auf diese Weise das anhängende Wasser so viel als möglich zu entfernen, und dann einen oder zwei Tage in der Trockenkammer aufgehängt, worauf man den Präcipität, auf mit weissem Druckpapier überlegten Spanhorden ausgebreitet, in gelinder Wärme trocknet.

Der durch Zersetzung des Alauns mittelst kohlensaurem Kali (oder Natron) erhaltene Niederschlag ist Thonerdehydrat mit kohlensaurem Thonerde-Kali; um ihn vom Alkali zu befreien, wird er wieder in Salzsäure aufgelöst und die Thonerde mit Ammoniak niedergeschlagen.

Zu den in Arbeit genommenen 12 Pf. Alaun wurden $5\frac{7}{8}$ Pf. Weinsteinkali, $4\frac{1}{8}$ Pf. reine Salzsäure von 17° B. (= 1,130 sp. G.) und $4\frac{1}{4}$ Pf. Aetzammoniakauflösung von 0,960 sp. G. erfordert, und man erhielt $1\frac{3}{16}$ Pf. reine Thonerde, welche schmutziggelbe, zusammengeschrumpfte und hornartig aussehende Stücke bildet, die durch Zerreiben ein weisses, geruch- und geschmackloses Pulver geben. Reines Thonerdehydrat ist leicht und ohne Aufbrausen in Säuren, und auch in Aetzkalilauge auflöslich, wogegen geglühte Thonerde sich nur in den stärksten Säuren langsam auflöst. Das Thonerdehydrat ist zu prüfen: auf Schwefelsäure, Salzsäure, Kali, Natron, Ammoniak, Eisen.

Schwefelsaure Thonerde.

$Al_2 O_3 + 3 SO_3$.

(Schwefelsaure Alaunerde; Aluminium oxydatum sulphuricum, Alumina seu Argilla sulphurica; Sulfate d'alumine pur; Pure sulphate of alumina.)

Es werden 4 Pf. gereinigter, eisenfreier Alaun in 6 Quart destillirtem Wasser im silbernen Kessel im Kochen aufgelöst; die Solution gibt man in einen grossen Steintopf, in welchem sich etwa 2 Eimer (24 Quart) destillirtes Wasser befinden, rührt gut um und lässt erkalten. Nach dem Erkalten setzt man so lange Aetzammoniak hinzu, als noch ein Niederschlag erfolgt, lässt denselben sich absetzen, giesst die klare Lauge ab, bringt ihn auf einen Spitzbeutel, gibt ihn, wenn die Flüssigkeit abgetropft ist, in den Topf zurück, übergiesst mit Wasser, rührt gut durch, bringt ihn wieder auf den Beutel und rüttelt ihn zuletzt ein wenig, um die noch anhängende Flüssigkeit zu entfernen.

Der Niederschlag wird in eine grosse porcellanene oder irdene Schüssel gebracht, im Sandbade erwärmt und, unter beständigem Umrühren mit einem hölzernen oder besser porcellanenen Spatel, so lange verdünnte Schwefelsäure hinzugefügt, bis derselbe vollständig aufgelöst ist. Die erhaltene Auflösung wird filtrirt und eingedampft; da das Salz jedoch sehr schwer — in dünnen, perlmutterglänzenden Blättchen — krystallisirt, ist es besser, dasselbe langsam zur Trockne zu bringen.

Zur Zersetzung der angewandten 4 Pf. Alaun wurden $2\frac{3}{4}$ Pf. Aetzammoniakauflösung von 0,960 sp. G. erfordert, und zur Verwandlung der dadurch erhaltenen breiigen basisch schwefelsauren Thonerde in neutrale, gebrauchte man $\frac{2}{3}\frac{5}{4}$ Pf. reine Schwefelsäure von 1,845 sp. G., welche vorher mit 3 Pf. destillirtem Wasser verdünnt worden war. Man erhielt $1\frac{3}{8}\frac{3}{2}$ Pf. neutrale schwefelsaure Alaunerde, in Form eines weisslichen krystallinischen Pulvers, welches etwas mehr als 4 Th. kaltes Wasser zu seiner Auflösung erfordert; es muss in einer gut verkorkten Glasflasche aufbewahrt werden.

Die reine schwefelsaure Thonerde ist zu prüfen für Kali, Ammoniak, Eisen.

Eine schwefelsaure Thonerde von schlechterer Qualität, welche nur technische Anwendung findet, wird durch Behandlung von

Digitized by Google

Thon mit Schwefelsäure gewonnen. Schwefelsaure Thonerde für Färber (Sulfate d'alumine ordinaire; Common or ordinary sulphate of alumina).

Man bringt in einen kleinen Calcinirofen Thon, den eisenfreiesten, welchen man sich verschaffen kann, und setzt ihn etwa $1\frac{1}{2}$ Stunden einer schwachen Rothglühhitze aus, worauf man ihn herausnimmt und erkalten lässt; nach dem Erkalten wird derselbe gemahlen und zu einem feinen Pulver abgesiebt. Dieses Pulver wird mit der Hälfte seines Gewichts Schwefelsäure von 45° B. (= 1.45 sp. Gew.) in einer aus Charmottesteinen gemauerten ⌓ Retorte innig vermengt und so weit langsam erwärmt, bis Schwefelsäure anfängt überzugehen, worauf der Inhalt herausgezogen und die Retorte mit einer neuen Mischung beschickt wird. Die erkaltete Masse gibt man in einen tiefen, hölzernen mit Blei ausgelegten Kasten und überlässt sie darin $1\frac{1}{2}$ bis 2 Wochen der Ruhe, worauf sie mit Wasser und hineingeleitetem Dampf ausgelaugt wird. Die erhaltene Lauge dampft man in einer bleiernen Pfanne ein und, wenn dieselbe von 15 bis 16° B. stark ist, wird sie zum Abklären in ein tiefes mit Blei ausgelegtes Gefäss gebracht. Den nächsten Tag zieht man die klare Lauge ab, gibt sie zurück in die Pfanne und lässt den im Abklärungsgefässe zurückgebliebenen Antheil derselben in einem irdenen Trichter, durch eine Kies- und Quarzsand-Schicht laufen, worauf auch diese in die Pfanne gegeben, dann die Gesammtmenge zu der Consistenz eines dünnen Syrups eingedampft und darauf in ein flaches bleiernes Gefäss gebracht wird, worin sie beim Erkalten zu einer weissen, steifen Masse erstarrt. Das auf diese Weise erhaltene Salz wird nun entweder in dichte Fässer verpackt und als krystallisirte schwefelsaure Thonerde verkauft oder, im liquiden Zustande, zu einer Stärke von 30° B. in Wasser gelöst, in Schraubkruken abgegeben.

Digitized by Google

Essigsaure Thonerde.

$$Al_2 O_3 + 3\overline{A}.$$

(Essigsaure Alaunerde, Essigsaure Thonbeitze, Roth- und Gelbbeitze; Aluminium oxydatum aceticum, Alumina acetica, Argilla acetica; Acétate d'alumine pour les arts, Mordant rouge; Solution of common acetate of alumina.)

Um die essigsaure Thonerde-Auflösung für Färbereien zu erhalten, gibt es mehrere Bereitungsarten. Man zerlegt essigsaures Bleioxyd mittelst schwefelsaurer Thonerde, oder dasselbe Salz durch Alaun, oder essigsauren Kalk durch Alaun, oder man erhält diese Beitze aus essigsaurem Natron und Alaun, oder aus essigsaurem Kali und Alaun u. dgl. m.

Die gewöhnlichste Weise, in welcher ich die essigsaure Thonerde-Auflösung angefertigt habe, besteht in Folgendem.

541 Quart starker Schnellessig werden in einer bleiernen Pfanne gelinde erwärmt, worauf man allmählig 220 Pf. gemahlene Bleiglätte hinzusetzt und ununterbrochen mit einem hölzernen Spatel umrührt, damit sich nichts zu Boden setze, bis die Glätte bis auf eine geringe Menge unlöslichen Rückstandes (Sand u. s. w.) aufgelöst worden ist; nach dem Erkalten der Auflösung füllt man einen grossen Bottich zu etwa $\frac{2}{3}$ oder $\frac{3}{4}$ seines Inhalts mit derselben an. Es werden nun 343 Pf. Kalialaun in einem reinen kupfernen oder bleiernen Kessel in 14 Eimern siedenden Wassers aufgelöst. Sobald das Auflösen erfolgt ist, entfernt man das Feuer und lässt so weit abkühlen, dass der Alaun noch aufgelöst bleibt, worauf ein Arbeiter die im Bottich befindliche Bleiauflösung durch Umrühren mit einem hölzernen Spatel in steter Bewegung erhält, während ein anderer die Alaunauflösung zuträgt und, sollte sich ja etwas Alaun im Kessel wieder ausscheiden, muss derselbe wieder angewärmt und eine geringe Menge Wasser hinzugefügt werden, damit der Alaun wieder in Auflösung gehe, die man alsdann dem Bottichinhalte unterrührt. Man lässt das Gemisch bis zum nächsten Tage ruhig stehen, zapft dann die klare Lauge ab in dichte hölzerne Gebinde und sammelt den im Bottich verbliebenen Rückstand auf Spitzbeuteln, um die geringe Menge anhängender Lauge noch zu erhalten oder besser, gibt dieselbe verloren, um die Spitzbeutel zu erhalten, süsst den Rückstand — das schwefel-

Digitized by Google

saure Bleioxyd — in dem Bottich mit Wasser aus und trocknet ihn auf Horden an einem vor Schwefelwasserstoffgas-Ausdünstungen freien Orte. Das reinweisse schwefelsaure Bleioxyd wird als solches theils (unter dem Namen *Poudre de Paris*) in den Handel gebracht oder zu reinem Blei reducirt und dann für die Darstellung von salpetersaurem Bleioxyd oder für andere Zwecke in der Fabrik benutzt.

Es wurden aus den angewendeten Materialien (541 Quart Essig, 220 Pf. Bleiglätte und 343 Pf. Alaun) 1172 Pf. oder 522 Quart ungefärbte essigsaure Thonerde-Auflösung zu 8° B. und 304 P. schwefelsaures Bleioxyd erhalten. Manche verlangen diese Lauge farblos, Andere gefärbt; im letzteren Falle bedient man sich zum Färben derselben einer Abkochung von Costa-rica-Holz.

Reines Zink.

Zn.

(Spiauter, Spelter; Zincum purum; Zinc pur; Pure Zinc.)

Das Zink des Handels ist nicht rein; es enthält etwas Blei, Cadmium, Kupfer, Eisen, Mangan, Kohlenstoff, hin und wieder auch Zinn, Schwefel, Arsen.

Man versuchte das Zink dadurch zu reinigen, dass man dasselbe in einem Tiegel schmolz und darüber so lange Schwefel in Stücken (Stangenschwefel) unter fleissigem Umrühren abbrannte, als sich noch Schlacken bildeten. Hierdurch sollen die das Zink begleitenden Metalle als Schwefelmetalle sich abscheiden; dies ist aber eine höchst unvollkommene Methode und wenn man das Metall nach der so angestellten Reinigung untersucht, wird man, wenn auch weniger als bevor, stets noch Antheile von den übrigen Metallen finden; auch bildet sich dabei stets etwas Schwefelzink. Ich selbst habe in früheren Zeiten diese Methode versuchsweise mit 5 Pf. Zink einmal angewandt, allein der eben angegebenen

Resultate halber für immer bei Seite geschoben. Zu den in Arbeit genommenen 5 Pfund Zink verbrauchte man — für zwei Schmelzungen — $\frac{1}{8}$ Pf. Schwefel und etwas mehr als $\frac{1}{3}$ Kubikfuss Holzkohlen, und es wurden $4\frac{1}{8}$ Pf. metallisches Zink wieder erhalten, die fehlenden $\frac{7}{8}$ Pf. waren verschlackt und verbrannt.

Reiner wird das Zink durch Destillation erhalten, wiewohl durch eine einzige mir es nicht immer gelungen ist, zum gewünschten Ziele zu kommen, und bei der damit angestellten Prüfung öfter ein Hinterhalt von Cadmium angezeigt wurde. Die Destillation geschieht in gutbeschlagenen irdenen Retorten und, um das Zink in eine solche bequem hineinbringen zu können, muss es zerkleinert werden. Dies wird auf die Weise bewerkstelligt, dass man eine beliebige Menge Zink in einem Rothgiesser schmilzt und in einen Kübel voll kaltes Wasser giesst, das man durch fortwährendes Umrühren mit einem hölzernen Stabe in kreiselnder Bewegung erhält, damit das Metall in so viel als möglich kleine Stücke zertheilt werde, worauf man dasselbe trocknet.

Der Ofen, in welchem die Destillation geschieht, ist aus Mauerwerk aufgeführt, inseits mit feuerfesten Steinen rund ausgefuttert und mit Charmottemasse ausgeputzt. Derselbe hat an einer Seite einen kapellenartigen Ausschnitt; die Roststäbe sind aus Eisen gegossen.

Man füllt die Retorte etwa zur Hälfte mit zerkleinertem Zink an, stellt dieselbe auf einen oben ausgehöhlten, aus Charmottemasse gefertigten, gut gebrannten und auf dem Rostheerde stehenden Untersatz, und führt den Hals derselben durch den Ausschnitt des Ofens nach aussen. In den Ausschnitt des Ofens schiebt man von oben einen gut passenden feuerfesten Stein oder ein Stück Eisen von etwa $\frac{1}{4}$ bis $\frac{3}{8}''$ Stärke, das eine am unteren Ende so weit ausgesägt und ausgeraspelt, oder das andere so weit ausgehauen und ausgefeilt, dass es den Retortenhals an dieser Stelle einschliesst und perpendiculär läuft mit der äusseren Ofenwand, worauf die Fugen und Ritzen zwischen dem steinernen oder eisernen Schieber und dem Retortenhalse inseits und ausseits mit einem Gemenge von feuchtem Lehm und Rossäpfeln verstrichen werden. Hiernächst gibt man einige glühende Kohlen in den Ofen und trägt so viele todte nach, bis derselbe ganz damit angefüllt ist, worauf man eine aus Dampfkessel-Eisen gefertigte und inwendig

Digitized by Google

mit Charmottemasse beschlagene Kuppel aufsetzt, in deren Mittelpunkt ein 6″ weites Rohr angenietet ist, dessen knieförmigen Fortsatz man in einen gutziehenden Schornstein leitet; an der einen Seite der Kuppel ist eine verschliessbare Oeffnung angebracht, durch welche der Ofen mit Kohlen gespeist wird. Den Ausschnitt im Mauerwerke, in welchem der Retortenhals ruht, bedeckt man mit einem gut passenden Stück Eisen, mit einem angenieteten eisernen Griffe oder Ringe versehen, um dasselbe nöthigenfalls abnehmen und den Ausschnitt schnell mit glühenden Kohlen ausfüllen zu können.

Ueber den Schnabel der Retorte schiebt man, je nach Bedürfniss, einen 5 bis 8″ langen Vorstoss von Eisenblech, und lässt das destillirende Metall in eine mit Wasser gefüllte, mehrere Zoll unter der Rohrmündung stehende, irdene Schüssel fallen. Wenn die Kohlen durch und durch glühen, fährt man zum Oefteren, in Zwischenräumen von 4 bis 5 Minuten, mit einem gekrümmten, nach vorn etwas stumpf zugespitzten (etwas breitgehämmerten) und etwa $\frac{1}{4}$″ starken Eisenstabe in den Schnabel der Retorte, um das erstarrte Metall abzulösen. Sollte — wider Erwarten — dasselbe zu schnell und häufig sich daselbst ansetzen, so kömmt man dadurch zu Hülfe, dass man den Ausschnitt, durch welchen die Röhre führt, mit glühenden Kohlen, die sich in einem in der Nähe stehenden Ofen für diesen Zweck befinden, hoch auffüllt. Ein Hauptbedingniss zum guten Gelingen der Operation ist, dafür zu sorgen, dass während derselben die Temperatur im Ofen durchaus nicht unter Weissglühhitze herabsinke. Sobald kein flüssiges Metall aus der Mündung der Retorte mehr hervorschiesst, auch sich in derselben nichts mehr ansetzt, lässt man eine Stunde ruhig stehen, öffnet alsdann die Kuppelthür ein wenig, zieht durch eine oberhalb dem Roste angebrachte viereckige Oeffnung, welche während der Operation durch zwei der Länge nach hineingeschobene feuerfeste Steine verschlossen gehalten wurde, die noch im Ofen befindlichen Kohlen heraus und bringt sie zum Ersticken in einen Dämpfer, worauf die Oeffnung im Ofen schnell mit den Steinen wieder verschlossen und mit Lehm verstrichen wird. Sodann entfernt man den Schieber im Mauerausschnitt, um den Hals der Retorte nach und nach bloss zu legen, und öffnet die Thür in der Kuppel ganz, um allmählig abzukühlen und, nach Verlauf von wieder $\frac{3}{4}$ bis 1 Stunde, die Retorte mit einer krummen Zange

weil der Ofen sehr durchwärmt ist, nicht unbeträchtlich an Brennmaterial gespart wird; wenn Tags vorher schon die erste Einlage gemacht worden war, so lassen sich zwei Destillationen, eine jede zu 9 Pf. Zink, recht gut fertig bringen. Das gereinigte Zink wird abgewaschen und getrocknet, nachher in einem, nicht zu grossen, Tiegel geschmolzen und auf eine polirte Eisenplatte in schmale Streifen, oder in eine Form, zu etwa $\frac{1}{2}''$ starken Stangen ausgegossen.

Von 36 Pf. käuflichem Zink erhielt man in vier Destillationen im Mittel $32\frac{7}{8}$ Pf. reines Metall, bei einem Brennmaterial-Aufwande von $6\frac{1}{2}$ bis $7\frac{1}{4}$ Kubikfuss Holzkohle.

Wenn man 1 Th. reines kohlensaures Zinkoxyd mit $\frac{1}{6}$ Th. aschefreiem Holzkohlenpulver innig vermengt und in dem vorhin beschriebenen Ofen, in einer irdenen Retorte der Weissglühhitze unterwirft, dann erhält man das metallische Zink stets chemisch rein, jedoch kommt dasselbe um ein Bedeutendes theurer zu stehen, als durch Destillation des käuflichen Metalles.

Reines Zink hat eine bläulich-weisse Farbe, lebhaften Glanz, ein sp. Gew. 6,86 bis 7,1, ein dem Wismuth und Antimon ähnliches blätteriges Gefüge, gibt, in dünne Scheiben ausgegossen, einen dem Zinn ähnlichen Laut von sich, ist ziemlich hart, lässt sich nicht gut feilen und ertheilt anderen Metallen eine grössere Härte, z. B. dem Kupfer — zu Messing.

Das durch nochmalige Destillation gereinigte Metall ist auf die oben angegebenen Beimischungen zu untersuchen.

Digitized by Google

Zinkchlorid.

Zn Cl.

(Salzsaures Zinkoxyd, Zinkbutter; Zincum chloratum, Zincum muriaticum, Butyrum zinci; Chlorure de zinc, Hydrochlorate, ou Muriate, ou Beurre de zinc; Chloride, or Hydrochlorate, or Muriate, or butter of zinc.)

Zinkchlorid wird erhalten durch Destillation von granulirtem Zink mit Quecksilberchlorid, oder, einfacher, durch Auflösen von Zink in Salzsäure. Ein Pfund zerkleinertes (gereinigtes) Zink wird in einen grossen gläsernen Kolben gegeben und dann giesst man etwa 2 Pf. reine Salzsäure von 17° B. hinzu, worauf man den Kolben im Sandbade mässig erwärmt und nach und nach so lange mehr von der Säure zusetzt, bis das Metall sich aufgelöst hat. Nun bringe man etwas zerkleinertes Zink in den Kolben und lasse dasselbe mit der Auflösung 12 bis 18 Stunden in der Wärme, unter gelegentlichem Umschütteln, in Berührung, um, wenn Cadmium zugegen sein sollte, dasselbe zu fällen, filtrire dann und prüfe die Solution auf Eisen. Sollte davon in der Auflösung enthalten sein, so wird dieselbe in einer Flasche mit Chlorgas gesättigt und etwas reines Zinkoxyd hinzugesetzt, worauf man einen Tag lang unter öfterem Umschütteln stehen lässt. Sodann wird filtrirt, die klare Flüssigkeit in einer porcellanenen Schaale eingedampft; wenn dieselbe die Consistenz eines dicklichen Schleimes erhält, bringe man sie unter fortwährendem Umrühren mittelst eines porcellanenen Spatels zur Trockne und fülle das noch heisse Präparat in kleine Gläser von $\frac{1}{8}$ bis $\frac{1}{4}$ Pf. Inhalt, welche mit Glasstöpseln verschlossen und mit Blase verbunden werden müssen.

Zu dem in Arbeit genommenen 1 Pf. Zink wurden $4\frac{9}{16}$ Pf. reine Salzsäure von 1,130 sp. G. = 17° B. verbraucht und $1\frac{7}{8}$ Pf. Zinkchlorid erhalten. — Dasselbe erscheint als ein vollkommen weisses, krystallinisches Pulver, welches einen ekelhaft metallischen Geschmack besitzt, sich sehr leicht in Wasser auflöst, sowie auch in Alkohol und Aether; die Auflösungen zeigen saure Reaction; es zieht begierig Wasser aus der Luft an und zerfliesst, und in der Hitze wird es, unter Ausstossung weisser Dämpfe, zersetzt. Das reine Zinkchlorid ist zu untersuchen auf die beim reinen Zink angegebenen Verunreinigungen, ausser auf Arsen (und auf Kohle?)

wöhnlicher (eisenfreier) Salzsäure und unter 1 bis 2tägiger Digestion der erhaltenen Auflösung mit etwas zerkleinertem Zink und nachheriges Filtriren. Dieses Zinkchlorid wird entweder als Auflösung oder ebenfalls eingetrocknet in den Handel gebracht.

Unter dem Namen Zinkäther (Aether zinci) ist ein Präparat verstanden, welches man durch Auflösen von 1 Th. des reinen Zinkchlorides in 4 Th. Schwefeläther erhält, und welches hin und wieder in der Medicin gebraucht wird. Manche Aerzte wollen das Präparat grünlich gefärbt haben, in diesem Falle ist es aus dem Zink des Handels dargestellt und enthält Kupfer oder — und Eisen.

Cyaneisenzink.

$(2\,K\,Cy + Fe\,Cy) + 3\,(2\,Zn\,Cy + Fe\,Cy) + 12\,HO$ oder $(K\,Cy + 3\,Zn\,Cy) + 2\,Fe\,Cy + 6\,HO$.

(Zinkeisencyanür, Eisenblausaures Zinkoxyd; Zincum cyanatum ferratum, Zincum ferro-hydrocyanicum seu ferro-borussicum; Ferro cyanure de zinc, Cyanure de fer et de zinc, Hydroferrocyanate de zinc; Ferrocyanuret of zinc, Ferrocyanide of zinc, Cyanide of iron and zinc, Hydroferrocyanate of zinc.)

In einem kleinen Bottich werden 4 Pf. reines schwefelsaures Zinkoxyd in 36 bis 48 Quart (3 bis 4 Eimer) destillirten Wassers aufgelöst; sodann setzt man so lange und unter Umrühren von einer Blutlaugensalz-Auflösung (1 Th. Salz und 12 Th. dest. Wasser) hinzu, als noch ein Niederschlag hervorgebracht wird. — Sollten die Auflösungen beider Salze nicht vollkommen klar sein, so müssen sie selbstverständlich filtrirt werden, ehe man sie gegenseitig zersetzt. — Man lässt den Niederschag sich setzen, zieht die klare Lauge ab, bringt denselben auf einen leinenen Spitzbeutel, wenn die Flüssigkeit abgelaufen, zurück in den Bottich, um ihn wieder mit destillirtem Wasser zu übergiessen, und fährt mit dem Aus-

Digitized by Google

süssen so lange fort, bis eine Probe des Waschwassers durch Barytauflösung nicht mehr verändert wird, worauf man den Niederschlag auf dem Beutel sammelt und in gelinder Wärme trocknet. Zu 4 Pf. Zinkvitriol wurden $4\frac{1}{8}$ Pf. Kalium-Eisencyanür gebraucht, und $3\frac{1}{8}$ Pf. eisenblausaures Zinkoxyd erhalten.

Dasselbe bildet ein weisses, geschmack- und geruchloses Pulver und ist, fälschlicherweise, oft blausaures Zinkoxyd genannt worden; wenn beide in ihrem Aeusseren auch sehr übereinstimmende Eigenschaften haben, so weichen sie in ihrem chemischen Verhalten dennoch sehr von einander ab.

Das Cyanzink (blausaures Zinkoxyd) ist in Aetzammoniak, sowie in Aetzkalilauge vollkommen auflöslich, während das Cyaneisenzink (eisenblaure Zinkoxyd) wohl in Aetzkalilauge leicht und vollkommen, nicht aber in Ammoniak sich löst, Ersteres löst sich in Salzsäure, unter Entwicklung von Blausäure, in der Wärme leicht auf, beim Kochen, ohne Farbe anzunehmen, in Zinkchlorid sich umwandelnd. Das andere ist gleichfalls in der Wärme in Salzsäure leicht und ohne Färbung auflöslich, beim längeren Kochen der Auflösung aber färbt sich dieselbe grün und lässt später Berlinerblau fallen.

Es kann das Cyaneisenzink, wenn aus reinem Zinkvitriol bereitet, eigentlich wohl nur durch schwefelsaures Kali verunreinigt sein, falls nicht vollkommen ausgesüsst worden war.

Zinkoxyd.

Zn O.

(Zinkblumen, Zinkkalk; Zincum oxydatum, Flores zinci, Calx zinci, Lana philosophica, Pompholyx; Oxide de zinc par combustion et précipité, Protoxide de zinc, Fleurs de zinc; Oxide of zinc, Protoxide of z., Flowers of z.)

Zinkoxyd wird sowohl auf trocknem als auf nassem Wege gewonnen.

Ein grosser hessischer Schmelztiegel wird etwa zu $\frac{1}{4}$ mit reinem destillirtem Zink angefüllt und in einem eisernen oder aus Mauerwerk aufgeführten, inseits mit feuerfesten (oder Charmotte-) Steinen ausgefütterten Ofen, auf ein auf dem Roste liegendes Ziegelstück schräg eingesetzt, um eine grössere Metallfläche zu erhalten und zwar auf die Weise, dass der Rand desselben auf dem Rande des Ofens ruht. Der Tiegel wird mit einem aus Tiegelmasse gefertigten Deckel bedeckt, um das Hineinfallen von Kohlen u. dgl. zu verhüten, worauf man den Tiegel mit einigen glühenden Kohlen umgibt und todte nachschüttet. Sobald derselbe rothglüht, hebt man den Deckel ab und entfernt mittelst eines reinen eisernen Spatels die auf dem flüssigen Zink befindliche graue Decke (Suboxyd), worauf das Metall mit bläulichgrünem und blendendem Lichte brennt. Das sich bildende Oxyd wird mit einem flachen eisernen Löffel oder mit einem breiten eisernen Spatel zur Seite geschoben, nach drei bis viermaligem Abschieben herausgenommen und auf einer kupfernen oder polirten eisernen Platte ausgebreitet, und erscheint, so lange es noch glühend, gelb gefärbt, wird aber beim völligen Erkalten weiss. Bei dem steten Abschieben und Herausnehmen des Oxydes wird der Oberfläche des schmelzenden Metalls stets wieder Sauerstoff der Luft geboten, wodurch der Oxydationsprozess fortdauert; wenn alles Zink verbrannt ist, bringe man eine frische Portion in den Tiegel und verfahre wie vorhin. Beim Verbrennen des Zinks ist ein geringer Theil des entstandenen Oxydes von so lockerer Beschaffenheit, dass es wie Baumwollenflocken oder Spinngewebe im Arbeitshause umherfliegt *(Lana philosophica, Pompholyx)*. Daher ist es, wenn das Zinkoxyd in grösseren Mengen hergestellt wird, besser, dessen Bereitung in einem eigenen und abgesonderten Lokale vorzunehmen, in welchem man zu gleicher Zeit nicht auch andere Sachen (um deren Verunreinigung zu verhüten) anfertigt.

Das sämmtlich erhaltene Zinkoxyd wird durch Schlämmen von den eingemengten kleinen Metallpartikeln geschieden. Es wird dabei auf die Weise verfahren, dass man dasselbe in einer grossen irdenen Schüssel mit Wasser zum feinen Brei anreibt, denselben in einen nach unten verjüngt znlaufenden Bottich gibt, in welchem sich etwa 24 bis 30 Quart klares Wasser befinden,

Digitized by Google

dies fortsetzt, bis alles vorräthige Oxyd abgerieben ist und sich im Bottich befindet, worauf mehr Wasser hinzugefügt wird und der Inhalt beim Umrühren ein milchartiges Ansehen hat. Nachdem die Flüssigkeit einige Augenblicke zur Ablagerung der feineren Metallpartikeln ruhig gestanden hat, wird sie abgefüllt und durch ein über einem andern Bottich stehendes Haarsieb gegossen, auf den Rückstand wieder Wasser gegeben, gut umgerührt, nach kurzer Ruhe die milchige Flüssigkeit wieder durch das Sieb gegossen und das Schlämmen so lange wiederholt, bis fast alles Oxyd aus dem ersten Bottich entfernt ist. Den Bottich, in welchem sich das abgeschlämmte Oxyd befindet, verwahre man durch einen aufgelegten Deckel vor dem Hineinfallen von Staub und anderen Unreinigkeiten, lasse vollständig absetzen, ziehe alsdann die Flüssigkeit mit einem Heber ab, sammele den Niederschlag auf einem leinenen Spitzbeutel, presse denselben gut aus und trockne ihn in der Wärme. Das Oxyd wird in verschlossenen Flaschen vor dem Zutritte der Luft aufbewahrt, im entgegengesetzten Falle würde es aus derselben nach und nach Kohlensäure anziehen. Den abgeschlämmten, metall- und oxydhaltigen Rückstand setzt man beim Auflösen von Zink in verdünnter Schwefelsäure mit hinzu, um denselben auf diese Weise zu verwerthen, ebenso das im Arbeitsraume umherhängende lockere Zinkoxyd, welches meistens durch Flugasche u. dgl. zu sehr verunreinigt ist, um es durch Waschen ganz und gar von demselben trennen zu können.

Von 25 Pf. Zink wurden, im Mittel aus mehreren Operationen, $25\frac{1}{2}$ Pf. Oxyd erhalten.

B. Durch Zerlegung des schwefelsauren Zinkoxydes.

Eine beliebige Menge (50 Pf.) reiner Zinkvitriol (— oder vielmehr eine für die Darstellung des Oxydes bereitete Lauge, welche man nicht erst nöthig hat zu krystallisiren und im nächstfolgenden Artikel beschrieben werden wird —) wird in einen grossen aus Nadelholz gefertigten Bottich gegeben, durch Umrühren mit einem hölzernen Spatel in 540 bis 600 Quart (45 bis 50 Eimer) heissen destillirten oder Regenwassers aufgelöst und der Auflösung allmälig so lange eine heisse concentrirte Auflösung von krystallisirter Soda unter langsamen Umrühren hinzugesetzt, als noch Niederschlag hervorgebracht wird. Das Präcipitirgefäss

Kohlensäure kein Uebersteigen des Gemisches verursache; und was das Zusammengiessen der heissgemachten Auflösungen belangt, so verliert der entstehende Niederschlag dadurch an seiner Voluminosität, fällt mehr in sich zusammen und lässt sich leichter aussüssen. Man lässt den Niederschlag sich setzen; wenn die überstehende Flüssigkeit sich vollkommen geklärt hat, wird sie abgezapft und der erstere auf leinene Spitzbeutel gegeben. Diese erste vom Bottich abgelassene und von den Beuteln ablaufende Lauge liefert man in diejenige Abtheilung der Fabrik ab, wo Glaubersalz im rohen Zustande angefertigt wird, die später abfallenden Waschwasser lässt man fortlaufen. Sobald die Flüssigkeit von den Beuteln abgelaufen, gibt man den Niederschlag zurück in den Bottich, lässt warmes destillirtes Wasser, vom Dampfkessel erhalten, auf denselben laufen, rührt gut durch, um den Niederschlag gehörig zu vertheilen und lässt absetzen. Das Aussüssen wird so lange fortgesetzt, bis in dem Waschwasser durch Barytsolution kaum eine Trübung mehr hervorgebracht wird, worauf der Niederschlag in den reinausgewaschenen Spitzbeuteln gesammelt, nochmals mit destillirtem Wasser nachgewaschen, sodann gepresst und in der Wärme getrocknet wird.

Dieses kohlensaure Zinkoxyd (Zincum oxydatum carbonicum; Carbonate de zinc; Carbonate of Zinc, Zinc-whitec) wird feinzerrieben und in einem grossen hessischen Tiegel nur so lange geglüht, bis eine herausgenommene und völlig erkaltete Probe in verdünnter Schwefelsäure kein Brausen mehr erzeugt; alsdann hebt man den Tiegel aus dem Feuer, lässt langsam erkalten und bewahrt das erkaltete Präparat in verschlossenen Gläsern auf.

Zu 50 Pf. reinem Zinkvitriol gebrauchte man 50½ bis 51¼ Pf. krystallisirtes kohlensaures Natron, und es wurden im Mittel aus mehreren Arbeiten 15⅛ Pf. reines Zinkoxyd erhalten.

Das reine Zinkoxyd ist ein zartes, lockeres, weisses, geschmackloses Pulver, wird durch starkes Erhitzen citronengelb, beim Erkalten wieder weiss, wenn es rein ist; enthält es aber Eisen, so behält es einen Stich ins Gelbe; in hohen Hitzgraden schmilzt es zu einem klaren gelblichen Glase. Reines Zinkoxyd ist zu untersuchen auf: Kohlensäure, beigemeng-

Digitized by Google

tes metallisches Zink, auf kohlensaures und schwefelsaures Natron, auf basisch schwefelsaures Zinkoxyd, Kalk, Magnesia, Zinn, Eisen, Kupfer, Cadmium, Blei, Mangan, Arsen.

Schwefelsaures Zinkoxyd.

$$Zn\,O + SO_3 + 7\,HO.$$

(Zinkvitriol, Weisser Vitriol, Weisser Galitzenstein, Weisser Kupferrauch; Zincum (oxydatum) sulphuricum, Vitriolum album, Calcanthum album, Vitriolum zinci, Zincum vitriolatum; Sulfate de zinc pur, Vitriol blanc, Couperose blanc; Sulphate of zinc, White vitriol, White copperas.)

Zur Bereitung des reinen Zinkvitriols wurde entweder das gewöhnliche Kauf- oder Handelszink oder das gewöhnliche schlesische Oxyd in Anwendung genommen, und da die Darstellung des schwefelsauren Salzes aus beiden dieselbe ist, wollen wir sie im Allgemeinen abhandeln.

In eine bleierne Pfanne oder desgl. Kessel werden 7 Eimer (= 84 Quart) weiches Wasser und 60 Pf. Kammersäure von 50° B. (= 1,530 sp. G.) gegeben und mittelst eines hölzernen Spatels gemischt, worauf man 27 Pf. käufliches Zink — auf die unter dem Artikel »reines Zink« angegebene Weise zerkleinert — hinzusetzt und, während man hin und wieder umrührt, etwa 12 bis 18 Stunden hindurch stehen lässt. Hierauf wird das bleierne Gefäss durch ein mässiges Feuer so lange erhitzt, bis die Flüssigkeit keine auflösende Einwirkung mehr zeigt; man verbreite dann weitere 2 Pf. des zerkleinerten Zinks in der Pfanne umher und unterhalte 24 bis 36 Stunden eine schwache Digestionswärme. Darauf wird etwas der Auflösung mit 2 bis 3 Th. reinen Wassers verdünnt, filtrirt, das Filtrat mit Schwefelsäure schwach angesäuert und in dieselbe Schwefelwasserstoffgas geleitet. Entsteht dadurch kein gefärbter Niederschlag, keine gelbliche oder bräun-

Digitized by Google

entfernt das Feuer, bedeckt die Pfanne mit einem Deckel und lässt bis zum nächsten Tage stehen; sollte das Schwefelwasserstoffgas jedoch Farbenveränderung in der filtrirten Flüssigkeit verursacht haben, dann muss die Lauge länger digerirt und nöthigenfalls noch etwas zerkleinertes Zink zugefügt werden.

Die in der Pfanne befindliche Lauge nimmt man nun heraus, lässt sie zur Vorsicht durch einen dichten leinenen Spitzbeutel laufen und gibt sie einstweilen in einen für Zinkpräparate bestimmten niedrigen Bottich. Den trüben Bodensatz in der Pfanne sammelt man in einer irdenen Schüssel, wäscht dieselbe mit etwas Wasser nach und gibt auch dieses in die Schüssel, worauf man umrührt und die trübe Flüssigkeit durch ein über einen Tenakel gespanntes und mit Papier belegtes leinenes Tuch filtrirt. Der in der Schüssel noch verbliebene Antheil wird von den nicht aufgelösten Zinkstückchen durch Abschlämmen entfernt und gleichfalls auf dem Tenakelfilter gesammelt; die hier erhaltenen Flüssigkeiten gibt man der im Bottich enthaltenen Lauge bei.

Das zurückgebliebene metallische Zink löst man bei der nächsten Bereitung des Zinkvitriols in Schwefelsäure mit auf und der auf dem Tenakelfilter befindliche Rückstand, welcher die durch das später der Auflösung beigegebene metallische Zink, niedergeschlagenen Metalle (Cadmium, Kupfer, Blei) und einen Theil des aus dem Zink abgeschiedenen Kohlenstoffs enthält, wird getrocknet, aufbewahrt, und wenn man eine ansehnliche Menge von diesem Rückstande gesammelt hat, so dass es der Mühe lohnt, kann man das Cadmium daraus abscheiden. Sollte in dem angewandten Zink neben Kohlenstoff auch Schwefel und Arsen enthalten gewesen sein, so entweicht ein anderer Theil des ersteren als Kohlenwasserstoff — und die beiden letzteren als Schwefel — und Arsenwasserstoffgas.

Die bleierne Pfanne wird hierauf mit der grössten Sorgfalt gereinigt, damit nicht das mindeste von dem abgelagerten Schlamme darin haften bleibt; man gibt die klare Lauge, welche jetzt nur noch durch Eisen und vielleicht etwas Mangan verunreinigt sein dürfte, aus dem Bottich in dieselbe zurück, verschliesst sie mit einem gutpassenden auf der Unterseite mit schwachem Blei (der

Digitized by Google

Quadratfuss 5 Pf. schwer) überzogenen hölzernen Deckel, in dessen Mitte ein kurzes bleiernes Rohr angebracht ist, setzt dieselbe durch ein langes Bleirohr mit einem Chlorgas - Apparate in Verbindung und leitet so lange gewaschenes Chlorgas in die Zinkvitriollauge, bis dieselbe nichts mehr davon aufnehmen kann, was leicht daran wahrzunehmen ist, dass es stark durch die engen Fugen zwischen Pfanne und Deckel entweicht, worauf man einen anderen Hahn im Chlorapparate öffnet und das Gas an einen anderen Bestimmungsort leitet, das Rohr der Bleipfanne aber absperrt.

Den nächsten Tag nimmt man den Deckel vorsichtig von der Pfanne ab, gibt in die Lauge etwa 1 Pf. mit destillirtem Wasser angeriebenes reines Zinkoxyd, erwärmt dieselbe einige Stunden, während welcher Zeit man hin und wieder umrührt und setzt sie dann in ein schwaches Kochen, das man, unter stetem Umrühren des Inhalts der Pfanne, mit einem aus Nadelholz gefertigten Spatel, etwa $\frac{1}{2}$ Stunde erhält; dann wird sämmtliches Feuer entfernt, das Umrühren jedoch noch einige Zeit fortgesetzt, damit sich nichts an dem Boden der Pfanne festsetzen kann. Der Lauge wird nun etwas gröblich gepulverte Holzkohle untergerührt, dieselbe noch warm durch einen Spitzbeutel - filtrirt, in den bereits gereinigten Bottich gegeben, die Pfanne einigemal mit Wasser nachgewaschen, dieselbe gleichfalls auf den Beutel gegeben und gut ausgesüsst; da der Rückstand neben Kohlenpulver und Eisenoxyd nur wenig Zinkoxyd enthält, wirft man denselben am besten fort.

Sämmtliche Lauge wird in die vollkommen gereinigte Pfanne zurückgegeben und in derselben langsam und so weit eingekocht, bis eine herausgenommene Probe nach dem Erkalten Krystalle zeigt, worauf man dieselbe in grosse irdene Schüsseln gibt und diese an einen kühlen Ort stellt. Von den nach 24 bis 36 Stunden in den Schüsseln dicht angeschossenen Krystallen wird die Lauge in leere Schüsseln abgegossen, und wenn die Lauge in den schräggestellten Schaalen nach einer Stelle hin sich zusammengezogen hat und der übrigen Lauge beigegeben worden ist, bringt man das Salz auf irdene Trichter. Die Lauge wird in einem kleineren Bleigefässe weiter zur Krystallisation eingedampft und wie oben verfahren. Die allerletzte Mutterlauge, welche neben Zinkvitriol auch Zinkchlorid enthält, verdünnt man mit kochendheissem destillirtem Wasser, schlägt mit einer heissen concentrir-

Digitized by Google

Das erhaltene schwefelsaure Zinkoxyd wird auf mit Papier belegten Horden getrocknet und an einem kühlen Orte in Glasflaschen oder in einem mit Papier ausgelegten Fasse aufbewahrt. Von den angewandten 27 Pf. Zink und 60 Pf. Schwefelsäure zu 50° B. (etwa 40 Pf. zu 66° B. oder 1,845 sp. G.) wurden erhalten 112 Pf. reines krystallisirtes schwefelsaures Zinkoxyd.

Der reine Zinkvitriol bildet farblose, durchsichtige, säulenförmige Krystalle, erscheint aber im Handel nicht selten auch in, dem Bittersalz ähnlichen, Nadeln, schmeckt ekelerregend, zusammenziehend, verwittert langsam an der Luft, löst sich in $2\frac{1}{3}$ Th. kalten und in weniger als seinem gleichen Gewichte kochenden Wassers auf. Derselbe zergeht in der Wärme in seinem Krystallwasser, wird wieder trocken, bildet dann den sogenannten calcinirten weissen Vitriol und verliert in der Glühhitze allmälig die Schwefelsäure vollständig. Der reine Zinkvitriol kann verunreinigt sein durch Salzsäure, Kalk, Magnesia, Cadmium, Kupfer, Zinn, Eisen, Mangan.

Jodsaures Zinkoxyd.

$$Zn\,O + J\,O_5.$$

(Zincum [oxydatum] jodicum, seu jodinicum, seu oxyjodinicum; Jodate de zinc; Jodate of zinc.)

Vier Unzen reines jodsaures Kali werden in $3\frac{5}{8}$ Pf. reinen Wassers in der Wärme aufgelöst, worauf man die Auflösung erkalten lässt; nach dem Erkalten wird dieselbe in eine grosse weitmündige Glasflasche gegeben und von einer kalten Auflösung von 8 Unzen reinem essigsaurem Zinkoxyd in $1\frac{1}{4}$ Pf. reinem Wasser, unter Umrühren mit einem Glasstabe, so lange hinzugesetzt, als noch ein Niederschlag entsteht; es wurden von der Zinkauf-

Digitized by Google

lösung 26 Unzen gebraucht, welche $6\frac{1}{2}$ Unzen krystallisirten essigsauren Zinkoxydes entsprechen.

Man lässt das Gefäss mit Papier bedeckt 24 Stunden an einem kühlen Platze stehen und findet dann manche Stellen der Wandungen des Gefässes mit kleinen körnigen Krystallgruppirungen besetzt. Die Flüssigkeit wird in eine reine porcellanene Schaale gegeben und der Niederschlag auf einem Glastrichter gesammelt; es hält schwer, die an den Seiten abgesetzten Krystalle mittelst eines Glasstabes loszubringen, gelingt aber vollkommen, wenn das Glas ringsum an allen Stellen schwach erwärmt wird. Der noch im Glase befindliche Antheil des neugebildeten Zinksalzes wird mit etwas der in der Schaale befindlichen Lauge aus demselben herausgespühlt und gleichfalls auf dem Trichter, dem krystallinischen Niederschlage beigegeben. Die rückständige Flüssigkeit dampfte man in der Schaale bis beinahe zur Hälfte ein, da sich jedoch nach 36 Stunden kein Salz abgeschieden hatte, wurde dieselbe in eine Glasschaale gegeben, um die Erscheinungen besser beobachten zu können, weiter bis fast zur Hälfte eingedampft und dann kalt gestellt. Nach 24 Stunden erhielt man noch einen sehr geringen Antheil körnigen Salzes; aus der nochmals eingedampften Lauge weitere Mengen jodsauren Zinkoxydes zu erhalten, war mir unmöglich.

Sämmtliches Salz wurde mit Alkohol abgespühlt, um etwa anhängendes essigsaures Kali zu entfernen, dann in mässiger Wärme getrocknet und in einem verschlossenen Stöpselglase aufbewahrt. Man erhielt von 4 Unzen jodsaurem Kali und $6\frac{1}{2}$ Unzen essigsaurem Zinkoxyd nur $2\frac{3}{4}$ Unzen jodsaures Zinkoxyd, bei weitem weniger, als man nach der Rechnung hätte erhalten sollen.

Jodsaures Zinkoxyd erscheint in kleinen weissen Krystallkörnern und als krystallinisches Pulver, ist luftbeständig, in Wasser sehr schwer auflöslich, nicht in Alkohol, und detonirt mit brennbaren Körpern. Dasselbe dürfte, auf diese Weise bereitet, wohl durch jodsaures Kali verunreinigt sein können.

$$Zn\,O + \overline{A} + 3\,HO.$$

(Zincum (oxydatum) aceticum; Acétate de zinc; Acetate of zinc.)

Ein Pfund reines Zinkoxyd wird in einer porcellanenen Schaale mit etwas destillirtem Wasser zu Brei angerührt, dieselbe ins Sandbad gestellt und, etwas durchwärmt, nach und nach Essigsäure von 1,045 sp. G., unter Umrühren mit einem porcellanenen oder hölzernen Spatel, hinzugesetzt, bis das Oxyd vollständig aufgelöst ist, wozu 4 Pf. Säure gebraucht wurden; man filtrire die Flüssigkeit noch warm und stelle sie zum Krystallisiren an einen kühlen Ort. Nach zwei- bis dreitägigem ruhigem Stehen wird eine ansehnliche Menge von Krystallen angeschossen sein, von denen man die Lauge abgiesst, sie selbst auf einem Glastrichter sammelt und die erstere zum Krystallisationspunkte weiter eindampft. Die Salzausbeute wird, auf Papier ausgebreitet, an der Luft, nicht in der Wärme, getrocknet und, wenn trocken, in einem verschlossenen Glase aufbewahrt.

Aus 1 Pf. Zinkoxyd und 4 Pf. Essigsäure von 1,045 sp. Gew. wurden 3 Pf. essigsaures Zinkoxyd erhalten.

Ich habe das Salz auch wohl aus kohlensaurem Zinkoxyd dargestellt, auf 1 Pf. desselben $2\frac{1}{2}$ Pf. Essigsäure von der angegebenen Stärke nöthig gehabt, und $1\frac{3}{3\,\frac{1}{2}}$ Pf. essigsaures Zinkoxyd erhalten.

Essigsaures Zinkoxyd schiesst in ansehnlichen, weissen, seidenglänzenden sechsseitigen Tafeln an, wenn aber die Menge der Lauge gering oder dieselbe zu concentrirt ist, in kleinen Schuppen, der Borsäure nicht unähnlich. Dasselbe riecht schwach nach Essigsäure, hat einen herben, ekelerregenden Geschmack, verwittert schwach in trockner Luft, ist in 3 Theilen kaltem und in $\frac{1}{2}$ Theil kochenden Wasser löslich, auch in Alkohol; in der Hitze verliert es sein Wasser, gibt brenzliche Produkte aus, wird reducirt und verbrennt dann mit der dem Zinke eigenthümlichen Feuererscheinung. Was die Substanzen betrifft, mit denen das Salz verunreinigt sein kann, so sind es dieselben, welche beim Zinkchlorid angeben worden; Chlorgehalt des Salzes erfährt man durch eine Auflösung des essigsauren Silberoxydes.

Digitized by Google

Schwefelsaures Cadmiumoxyd.

$$Cd\,O + SO_3 + 4\,HO.$$

(Cadmium oxydatum sulphuricum; Sulfate de Cadmium; Sulphate of Cadmium.)

Von Cadmiumpräparaten habe ich nur dies eine, das schwefelsaure Salz, dargestellt, sowohl aus dem käuflichen, in Schlesien abgeschiedenen Metalle, als auch aus jenem Metallpulver, welches bei Reinigung einer Zinkvitriollauge durch metallisches Zink niedergeschlagen wird.

Das aus einer solchen Auflösung erhaltene schwarze Pulver muss man mit Wasser vorsichtig abschlämmen, damit die Zinkstückchen, welche demselben untermengt sind, zurückbleiben, weil im anderen Falle zu viel der Auflösungsmittel (Salpetersäure und kohlensaures Ammoniak) unnützerweise verloren gehen würde; die Abscheidung des Cadmiums aus dem Pulver gewährt auch dann nur einen pecuniairen Vortheil, wenn man eine grössere Menge davon gesammelt hat. Das schwarze Pulver wird, wenn es in Wahrheit Cadmium enthält, worauf es daher zuvor untersucht werden muss — weil, wiewohl zu den seltenen Ausnahmen gehörend, nicht alles Handels- oder Kaufzink davon in seiner Mischung hat — mit 25grädiger Salpetersäure behandelt. Zu dem Ende gibt man eine der Quantität des Pulvers — aus Cadmium, Zink, Blei, Kupfer, Kohle bestehend — angemessene Menge Salpetersäure von besagter Stärke in einen Glaskolben mit kurzem Halse und trägt dasselbe nach und nach in die Säure ein. Wenn die Entwickelung der braungelben Dämpfe aufhört, setzt man den Kolben auf ½ Stunde ins Wasser- oder Sandbad, lässt dann abkühlen, giesst etwa doppelt soviel, als Säure angewandt worden war, destillirtes Wasser hinzu, schüttelt um, filtrirt und wäscht den Filterinhalt mit etwas Wasser nach. Die klar filtrirte Auflösung wird in eine Retorte gegeben, ein unlutirter Kolben vorgelegt und fast zur Trockne abdestillirt; das Destillat kann zum Verdünnen von gewöhnlichem Scheidewasser benutzt werden. Man zieht die Retorte aus dem Sandbade etwas in die Höhe und lässt vorsichtig nach und nach abkühlen, worauf man deren Inhalt in so wenig destillirtem Wasser als möglich auflöst. Diese Auflösung wird nun mit kohlensaurer Ammoniak-Solution so lange

versetzt, als der entstandene Niederschlag durch Umrühren vollkommen sich wieder auflöst und die klare Flüssigkeit noch etwas sauer reagirt, worauf man von einer gesättigten Glaubersalz-Auflösung so lange hinzufügt, als noch ein Niederschlag (von schwefelsaurem Bleioxyd) entsteht. Man filtrirt die Flüssigkeit ab, dampft sie in einer porcellanenen Schaale zur Trockne ein und löst in der geringsten Menge destillirten Wassers auf, die aber nur erforderlich ist, um Cadmium-, Zink- und Kupfersalz in Auflösung zu nehmen, den vor dem Abdampfen in der Flüssigkeit verbliebenen Hinterhalt von schwefelsaurem Bleioxyd aber aus der Arbeit zu entfernen. Die klar filtrirte Solution wird, ihrer Menge nach, in einen geräumigen Cylinder oder in ein anderes gläsernes Gefäss mit weiter Mündung oder in einen Steintopf gegeben, mit der sieben- bis achtfachen Raummenge reinen Wassers verdünnt und durch kohlensaures Ammoniak, im starken Ueberschuss des letztern, gefällt, um das gleichzeitig gefällte Zink- und Kupferoxyd wieder aufzulösen. Nach dem Abklären wird die Flüssigkeit vom Niederschlage getrennt, wieder mit Wasser übergossen, um die beiden anderen Oxyde vollkommen zu entfernen, noch etwas kohlensaure Ammoniakauflösung zugesetzt und umgerührt. Wenn wieder geklärt, giesst man die Flüssigkeit ab, bringt den Niederschlag auf ein Filter oder auf ein leinenes Tuch und süsst vollkommen aus; den noch feuchten Niederschlag, kohlensaures Cadmiumoxyd, löst man in verdünnter Schwefelsäure zur Neutralisation auf, filtrirt die Auflösung, wenn nöthig, und dampft sie zur Krystallisation ab.

Wenn man Cadmium mit Schwefelsäure behandelt, so währt es, selbst in der Wärme, lange Zeit, ehe dasselbe sich vollkommen auflöst. In der ersten Zeit, als ich mich mit der Darstellung dieses Artikels beschäftigte, habe ich 4 Unzen des sehr fein zerschnittenen Metalls länger denn 10 Tage in einem Sandbade, welches Tag und Nacht geheitzt wurde, mit Schwefelsäure digerirt, bis endlich eine vollständige Auflösung desselben erfolgt war; schneller kommt man zum Ziele, wenn man das Cadmium zuerst in salpetersaures Salz überführt und dieses alsdann durch Schwefelsäure zersetzt.

In einen Glaskolben, dessen Hals zur Hälfte abgesprengt ist, gibt man $2\frac{5}{8}$ Pf. eisenfreie Salpetersäure (ein geringer Gehalt an Salzsäure bringt keinen Nachtheil) zu 25° B. und trägt $\frac{1}{4}$ Pf. zer-

Digitized by Google

schnittenes Cadmium nach und nach ein; es ist nicht nöthig Wärme anzuwenden, da das Auflösen des Metalls ziemlich schnell erfolgt. Der erhaltenen Auflösung fügt man $\frac{1}{4}$ Pf. reine Schwefelsäure von 1,84 sp. G. hinzu, gibt dieselbe in eine Retorte, schiebt eine Vorlage an und destillirt so weit ab, als noch saure Dämpfe übergehen. Der Retorteninhalt wird mit etwa $2\frac{1}{2}$ Pf. destillirtem Wasser übergossen und dessen Auflösen durch Wärme unterstützt, worauf man, wenn nöthig, filtrirt, zur Krystallisation eindampft und an einen kühlen Ort stellt.

Von $\frac{1}{2}$ Pf. Cadmium, $2\frac{5}{8}$ Pf. Salpetersäure und $\frac{1}{2}$ Pf. concentrirter Schwefelsäure erhielt man $1\frac{7}{8}$ bis $1\frac{1}{4}$ Pf., im Mittel also $1\frac{5}{6}\frac{5}{4}$ Pf., schwefelsaures Cadmiumoxyd.

Das Salz schiesst in ansehnlichen, farblosen, vierseitigen Säulen an, schmeckt zusammenziehend-metallisch, löst sich leicht in Wasser, efflorescirt nach und nach etwas in der Luft, verliert bei mässiger Wärme sein Krystallwasser, bei höherer Erhitzung einen Theil seiner Säure, wird basisch und ist nicht vollständig mehr in Wasser auflöslich. Schwefelsaures Cadmiumoxyd kann durch Zink, Kupfer und Blei verunreinigt sein, meistens wohl durch Zink.

Manganchlorür.

Mn Cl + 4 HO.

(Salzsaures Manganoxydul; Manganum chloratum, Manganum muriaticum oxydulatum; Chlorure de manganèse, Hydrochlorate ou Muriate de Manganèse; Chloride of manganese, Hydrochlorate or M. of Manganese.)

Manganchlorür wird in Fabriken, bei Darstellung des Chlors aus Braunstein und Salzsäure, in grossen Mengen als Nebenprodukt gewonnen; dasselbe ist indess nicht rein, sondern enthält vorzüglich Eisen, aber auch Kalk, Magnesia, Thonerde, Baryt aufgelöst. Um dasselbe zu reinigen verfährt man also.

Die von den Rückständen der Chlorentwicklung klar abgehobene Lauge wird in einer bleiernen Pfanne oder, weil dieselbe dabei stets etwas angegriffen wird, besser in grossen irdenen Schüsseln im Sandbade so weit eingedampft, bis sich dieselbe mit einer dünnen Haut überzieht und dann zur Krystallisation an einen kühlen Ort gestellt; es ist selbstverständlich, dass die Satten, wenn deren Inhalt eingeengt ist, mit frischer Lauge nachgefüllt werden müssen.

Wenn die Krystallisation beendigt ist, wird die Lauge von den Krystallen ab- und als werthlos fortgegossen, weil eben in dieser letzten Flüssigkeit der grösste Antheil der Chloride des Calciums und des Magnesiums sich befindet. Die das krystallisirte Salz enthaltenden Schüsseln werden zurück in das Sandbad gestellt, um dasselbe, unter ab und zu stattfindendem Umrühren, einzutrocknen, worauf man einen grossen irdenen Tiegel etwa zu $\frac{3}{4}$ seines Inhalts damit anfüllt und in einem Ofen erst langsam und dann etwas stärker erhitzt, um das Wasser auszutreiben. Wenn die Masse in Fluss kommt, erhält man sie eine gute Viertelstunde länger darin, worauf man dieselbe mittelst eines eisernen Löffels herausschöpft und auf eine mit einem 2 bis 3" hohen Rande versehene gusseiserne Platte ausgiesst, den Tiegel wieder frisch mit dem eingetrockneten Manganchlorür füllt und wie vorhin verfährt. Die sämmtliche geschmolzene Masse wird in einem eisernen Kessel in so viel weichem Wasser in der Wärme aufgelöst, dass eine herausgenommene und auf 15° C. abgekühlte Probe, eine Stärke von 15 bis 18° B. zeigt. Man lässt einmal aufkochen, zieht das Feuer vor, lässt die Heitzthür offen, filtrirt durch einen leinenen Spitzbeutel und sammelt die klare Lauge einstweilen in Töpfen aus Steingut oder in einem bleiernen Gefässe; es ist nicht nöthig, den Inhalt des Spitzbeutels mit Wasser auszuwaschen, sondern man wirft ihn als werthlos fort. Sobald der Kessel entleert ist, wäscht man ihn mit Wasser vollkommen rein, bringt die klare Lauge in denselben zurück und kocht langsam ein; wenn auf derselben eine starke Salzhaut erscheint und Salz an den Seiten des Kessels aus der Lauge zu kriechen anfängt, mässigt man das Feuer und rührt so lange mit einem hölzernen Spatel um, bis eine herausgenommene und etwas erkaltete Probe den trocknen Händen nicht mehr anklebt. Hierauf wird alles Feuer unter dem Kessel entfernt und die Masse noch warm in tarirte Glasflaschen mit weiten Mündungen oder in grosse

Digitized by Google

Steinkruken gegeben, die man gut verkorkt und verpicht. Dieses eingetrocknete oder inspissirte Manganchlorür (Chlorure de Manganèse desséché pour les arts; Inspissated chloride of manganese for commerce), welches in der Kattundruckerei und für andere technische Zwecke benutzt wird, besitzt eine röthlichweisse Farbe, muss sich vollständig in Wasser lösen und ist äusserst selten durch Spuren von Eisen verunreinigt.

Bei Bereitung des reinen Manganchlorürs wird die 15- bis 18grädige und filtrirte Auflösung des vorigen und ehe man sie weiter einkocht, in einem bleiernen Kessel mit trocknem kohlensaurem Manganoxydul, das vorher mit Wasser zum dünnen Brei angerührt worden, einige Tage, unter zuweiligem Umrühren mit einem hölzernen Spatel bei gelinder Wärme digerirt, d. i. im Fall dieselbe Spuren von Eisen enthalten sollte. Man reicht für die Gallone (4 Quart) der 18grädigen Lauge meistens mit $\frac{1}{8}$ bis höchstens $\frac{1}{2}$ Unze des kohlensauren Manganoxyduls aus; sobald das Eisen ausgefällt worden ist (wovon man sich dadurch überzeugt, dass Gerbesäure [Tannin] in einer klarfiltrirten Probe keine violette oder blaue Trübung mehr hervorbringt), wird filtrirt, der Kessel vollkommen gereinigt, die Lauge in denselben zurückgegeben, bis zum Erscheinen einer schwachen Salzhaut eingedampft, dann in irdene Schüsseln gegeben und an einen kühlen Platz gestellt. Nach beendigter Krystallisation giesst man die Lauge von den Anschüssen in den Kessel zurück, bringt das Salz zum Abtropfen der anhängenden Lauge, auf gläserne oder irdene Trichter, gibt dasselbe alsdann auf und zwischen Druckpapier zum Trocknen und bewahrt es in gut verschlossenen Glasflaschen an einem trocknen, aber nicht warmen Orte auf. Die Lauge wird weiter und wiederum bis zum Erscheinen einer Salzhaut eingedampft und zur Krystallisation kalt gestellt, das ausgeschiedene Salz getrocknet und gleichfalls in gut verschliessbare Flaschen gegeben. Die rückständige Mutterlauge, welche noch etwas der Chloride des Calciums und Magnesiums enthält (der grösste Antheil derselben war durch das Fortgiessen der, nach dem Eindampfen und Krystallisiren des von den Chlorapparaten erhaltenen flüssigen Manganchlorürs, verbliebenen Mutterlauge, bereits aus der Arbeit entfernt worden —) wird in irdenen Schüsseln im Sandbade oder im eisernen Kessel stärker eingedampft und kann dem oben abgehandelten inspissirten Manganchlorür für technische Zwecke beigegeben werden.

stallisé pur; Pure chloride of manganese in crystals) erscheint in rosenrothen blätterigen Krystallen, welche einen bitterlich zusammenziehenden Geschmack besitzen, an der Luft leicht feucht werden, zerfliessen und in Wasser und Weingeist sich sehr leicht auflösen. In der Hitze entweicht zuerst das Wasser, das Salz kommt dann in Fluss, bei stärkerer Erhitzung entweicht ein Theil des Chlors, und wenn dieselbe bis zur Glühhitze gesteigert wird, so geht nach und nach alles Chlor fort und es verbleibt als Tiegelrückstand Manganoxyduloxyd. Wird Wasserdampf bei der Schmelzwärme über Manganchlorür geleitet, so wird dasselbe in salzsaures Gas und Oxyduloxyd zersetzt. — Das reine Manganchlorür ist zu untersuchen: auf Schwefelsäure, Kalk, Magnesia, Eisen, Thonerde.

Cyaneisenmangan.

$$(K\,Cy + 3\,Mn\,Cy) + 2\,Fe\,Cy + 6\,HO.$$

(Mangan-Eisencyanür, Eisenblausaures Manganoxydul; Manganum cyanatum ferratum, Manganum ferro-hydrocyanicum seu ferro-borussicum; Cyanure de fer et de manganèse, Ferro-cyanure de M., Hydroferrocyanate de M.; Ferrocyanide of manganese, Cyanide of iron and manganese, Hydroferrocyanate of manganese.

In einem kleinen Bottiche oder in einem grossen Steintopfe werden 4 Pf. reines Manganchlorür in 24 bis 25 Quart (2 Eimer) destillirten Wassers gelöst, worauf so lange Blutlaugensalz-Auflösung unter Umrühren hinzugesetzt wird, als sich ein Niederschlag erzeugt. Nach Ablagerung desselben decantirt man die Flüssigkeit, gibt eine neue Menge destillirtes Wasser auf den Niederschlag, rührt um, lässt wieder absetzen, giesst die Flüssigkeit ab, bringt den Präcipitat auf ein leinenes Tuch und wäscht so lange aus, bis eine Probe des Waschwassers durch Silbersolution nicht mehr

Digitized by Google

getrübt wird, worauf man denselben gelinde trocknet und in einem Glasgefässe aufbewahrt.

Die angewandten 4 Pf. Manganchlorür erforderten $4\frac{1}{8}$ Pfund eisenblausaures Kali zur Zersetzung und es wurden $3\frac{15}{16}$ Pfund Cyaneisenmangan, fälschlich blausaures Manganoxydul genannt, erhalten.

Dasselbe erscheint als ein reinweisses, in Wasser unauflösliches Pulver, welches sich in der Wärme in Salzsäure leicht und ohne Färbung auflöst und dabei Blausäure entwickelt, bei längerem Kochen der Auflösung färbt sich dieselbe und lässt zuletzt Berlinerblau fallen. Die Verbindung ist auf Chlor zu prüfen.

Kohlensaures Manganoxydul.

$$Mn\,O + CO_2 + HO.$$

(Manganum [oxydulatum] carbonicum; Carbonate de manganèse pur; Pure carbonate of manganese.)

Zur Bereitung des kohlensauren Salzes verwendet man am besten das reine krystallisirte Manganchlorür. Es werden 10 Pf. desselben in einem kleinen Bottich in 60 bis 70 Quart destillirtem Wasser aufgelöst, und setzt man so lange von einer aus krystallisirtem kohlensaurem Natron bereiteten Auflösung unter Umrühren hinzu, als noch ein Niederschlag erzeugt wird. Sobald derselbe sich gesetzt hat, lasse man die Salzlauge ab, bringe ihn auf einen leinenen Spitzbeutel oder auf ein über einen grossen Tenakel gespanntes leinenes Tuch und, wenn die Flüssigkeit abgelaufen, zurück in den Bottich, übergiesse ihn auf's Neue mit destillirtem Wasser, süsse denselben vollkommen aus, trockne ihn in gelinder Wärme und bewahre ihn in Glasflaschen auf.

Zu den angewandten 10 Pf. Manganchlorür wurden $15\frac{1}{2}$ Pf. krystallisirte Soda verbraucht, und man erhielt von $5\frac{3}{4}$ bis $5\frac{7}{8}$ Pf., im Mittel also $5\frac{13}{16}$ Pf. kohlensaures Manganoxydul.

Dasselbe ist frischgefällt schneeweiss, färbt sich aber beim Trocknen an der Luft, erscheint dann als ein gelbliches Pulver und enthält etwas Manganoxyd; es ist unlöslich in Wasser, löst sich aber in kohlensaurem Wasser auf, und kann verunreinigt sein durch Kalk, Magnesia, Thonerde, Eisen. Aus dem kohlensauren Manganoxydul lassen sich viele der anderen auflöslichen Mangansalze mit Leichtigkeit darstellen.

Schwefelsaures Manganoxydul.

$$Mn\,O, + SO_3 + 4HO.$$

(Manganvitriol; Manganum [oxydulatum] sulphuricum; Sulfate de manganèse cristallisé pur; Pure sulphate of manganese.)

Das schwefelsaure Manganoxydul lässt sich auf mehrfache Weise gewinnen, dadurch, dass man das kohlensaure Salz in verdünnter Schwefelsäure löst, dass man calcinirten Eisenvitriol mit Braunstein glüht und nachher auslaugt, aus dem Rückstande von der Entwicklung des Sauerstoffgases aus Braunstein mit Schwefelsäure, bei Entwickelung des Chlors aus Kochsalz, Braunstein und Schwefelsäure, durch Zersetzung des Manganchlorürs mittelst Schwefelsäure in der Glühhitze.

Um dasselbe auf dem billigsten Wege rein darzustellen — wenn nämlich der oben erwähnte Rückstand von der Sauerstoffgasentwickelung nicht zu Gebote steht — wird ein Gemenge von 8 Th. gepulvertem Braunstein mit $5\frac{1}{2}$ Th. concentrirter Schwefelsäure in der Glühhitze behandelt. Man nehme 2 Pf. des besten, selbst feingepulverten Braunsteins, vermenge denselben in einer porcellanenen oder irdenen Schaale innig mit $1\frac{3}{4}$ Pf. 66grädiger Schwefelsäure, drücke das Gemenge in einen irdenen Tiegel nicht zu fest ein, lege einen aus Tiegelmasse gefertigten, in der Mitte mit einem Loche versehenen Deckel auf, setze den Tiegel auf einen Backstein in einen Windofen ein und erhitze mit

Digitized by Google

Holzkohlenfeuer, erst langsam, dann nach und nach stärker, bis zur Glühhitze, welche man so lange unterhält bis kein saurer Qualm aus dem Tiegel mehr emporsteigt, wozu nach Beginn des Glühens 20 bis 25 Minuten für die vorstehend angegebenen Gewichtsmengen ausreichen. Alsdann nehme man den glühendheissen Tiegel aus dem Ofen und entleere ihn auf eine reine Eisenplatte; lässt man die Masse im Tiegel erkalten, dann hält es schwer, dieselbe, ohne ihn zu zerbrechen, herauszubringen. Die erkaltete Masse wird etwas zerklopft und in einem steinernen oder porcellanenen Mörser zu einem gröblichen Pulver zerrieben; man übergiesst dasselbe in einer porcellanenen oder irdenen Schaale mit etwa 3 Pf. destillirtem Wasser, stellt sie in's Sandbad, rührt öfters um, filtrirt sobald Alles aufgeweicht ist, und laugt den Rückstand weiter mit destillirtem Wasser aus. Die klare, etwas grüngefärbte Flüssigkeit wird in einer porcellanenen Schaale langsam eingedampft — schnelles Eindampfen oder gar Kochen der Flüssigkeit muss vermieden werden, weil in diesem Falle sich ein wasserfreies Salz bilden, und als weisses Pulver niederfallen würde —, verliert bei zunehmender Concentration die grüne Farbe und wird röthlich gefärbt, erscheint aber öfters auch farblos, und wenn die Lauge zu etwas mehr als $\frac{3}{4}$ Quart eingedampft ist, wird sie an einen kühlen Ort gestellt. Nach 24 Stunden werden Krystalle angeschossen sein, die man auf einem Trichter sammelt, die Lauge aber wird weiter zum Krystallisationspunkte verdampft, und dies wird so oft wiederholt, bis nur noch wenig Mutterlauge übrigbleibt. Es kommt nicht selten vor, dass selbst bei sehr langsamem Eindampfen eine weisse krystallinische Substanz sich abscheidet, welche, ehe die Lauge zur Krystallisation bei Seite gesetzt wird, durch nochmalige Filtration getrennt werden muss; dieser weisse Körper ist nichts anderes als Gyps, gebildet durch den im Braunstein enthalten gewesenen kohlensauren Kalk. Die Mutterlauge, sowie den letzten Krystallanschuss hat man auf Bittersalz zu prüfen, da, wenn der Braunstein Kalk, derselbe in der Regel auch etwas Magnesia enthält. Von 2 Pf. Braunstein und $1\frac{3}{8}$ Pf. Schwefelsäure zu 66° B. erhielt man in verschiedenen Malen 16 $\frac{1}{2}$ bis 19 Unzen krystallisirtes schwefelsaures Manganoxydul, im Mittel also $17\frac{3}{4}$ Unzen.

Das schwefelsaure Manganoxydul schiesst in ansehnlichen 4 oder 6 seitigen geschobenen Prismen, auch in säulenförmigen

sitzen, oft aber auch farblos sind; ich habe in einem und demselben Anschusse farblose und amethystfarbene Krystalle gehabt. Dieses Salz löst sich in 2½ Th. kaltem Wasser auf, weniger leicht in heissem, verwittert etwas in der Luft, in der Wärme sehr schnell, kann ziemlich stark erhitzt werden, ohne sich zu zersetzen, bei stärkerer Hitze aber wird es langsam und unvollkommen entmischt. Es bildet mit Kali und Ammoniak Doppelsalze, welche in ansehnlichen Krystallen erhalten werden können (Manganalaun). — Der Manganvitriol ist zu prüfen: auf Kalk, Magnesia, Thonerde, Eisen.

Schwefeleisen.

Fe S.

(Ferrum sulphuratum; Sulfure de fer; Sulphuret of iron.)

Wenn man nicht Gelegenheit hat sich das natürliche Einfach-Schwefeleisen (Magnetkies) zur Entwickelung des Schwefelwasserstoffgases billig zu verschaffen, ist es wohl am vortheilhaftesten, dasselbe durch Glühen von Schwefel und Eisenfeile herzustellen.

Zu dem Ende werden 9 Pf. Eisenfeil- oder Eisenbohrspäne in einem grossen irdenen Schmelztiegel (Rothgiesser) mit 6 Pf. gepulverten Schwefel dergestalt in Berührung gebracht, dass man zu unterst in den Tiegel eine etwa ⅛″ hohe Lage Schwefel bringt, darauf eine eben so starke Lage Eisenspäne fest eindrückt, dann wieder Schwefel schichtet u. s. w., die abwechselnden Lagen aufeinander drückt, und oben mit einer Schwefelschicht endigt. Den Tiegel, welcher nur zu ⅔, höchstens zu ¾ damit angefüllt werden darf, bedeckt man mit einem aus Tiegelmasse gefertigten und in der Mitte mit einem kleinen Loche versehenen Deckel, befestigt letzteren mit Eisendraht, verstreicht die Fugen und überzieht den Deckel und auch das Loch in demselben bis auf eine sehr unbe-

Digitized by Google

deutende Oeffnung mit einem Gemenge von Lehm und Rossäpfeln. Wenn der Lehmüberzug gotrocknet ist, setzt man den Tiegel auf einem Backstein in einen Ofen mit gutem Zuge, gibt Anfangs ein gelindes Holzkohlenfeuer und sobald kein Schwefel aus dem Loche im Deckel mehr herausbrennt, wird das Feuer durch Kohlen oder Cokes bis zum Glühen verstärkt, welches man $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$ Stunde unterhält, Man nimmt den Tiegel heraus, lässt vollständig erkalten, zerstösst den Inhalt in einem eisernen Mörser und bewahrt ihn in einer verschlossenen Flasche an einem trocknen Orte auf. Aus obigen Mengen wurden zwischen $13\frac{3}{8}$ bis $13\frac{1}{2}$ Pf. Schwefeleisen erhalten.

Dieses Einfach-Schwefeleisen bildet eine zusammengesinterte, schwere, dunkelgraue Masse, welche, in einem verschlossenen Gefässe aufbewahrt, ohne Geruch ist, an der Luft aber, und zumal in feuchter, sich nach und nach zersetzt. In verdünnter Schwefel- oder Salzsäure löst es sich, wenn gut bereitet, unter Entwickelung von Schwefelwasserstoffgas, bis auf eine geringe Menge von, aus dem Eisen abgeschiedenem, Kohlenstoff vollständig auf.

Eisenchlorür.

Fe Cl + 2 HO.

(Salzsaures Eisenoxydul; Ferrum chloratum, Ferrum muriaticum oxydulatum; Protochlorure, ou Protomuriate, ou Protohydrochlorate de fer desséché; Exsiccated Chloride, or Protomuriate, or Protohydrochlorate of iron.)

Man bringe in einen niedrigen Bottich oder in einen geborstenen eisernen Kessel, dessen Sprünge mit einem warmen Gemisch von Schwefel und Ziegelmehl ausgegossen worden, einige Pfunde altes Schmiedeeisen, als: Nägel, Schwarzblechabfälle, Hammerschlag u. dgl., giesse dann so viel gewöhnliche Salzsäure darauf, dass das Gefäss etwa zur Hälfte angefüllt ist, und setze nach und nach mehr Eisen hinzu. Wenn die Flüssigkeit keine Einwirkung

verbliebene Eisen abermals Salzsäure gegeben, und wie vorhin verfahren. Hat man sich eine genügende Menge dieser Auflösung verschafft, dann wird sie in einem kupfernen Kessel, auf dessen Boden man Stücke von altem Eisenblech 1 bis $1\frac{1}{2}$" hoch aufgeschichtet hatte, langsam bis zu einer Stärke von 38 bis 40 ° B. eingekocht, worauf sie sammt den noch übrigen Eisenstückchen herausgenommen und in einem niedrigen Bottich oder irdene Schüsseln gebracht wird. Man reinigt den Kessel mit etwas Wasser, bringt die geklärte Lauge in denselben zurück, verdampft, unter beständigem Umrühren mit einem aus Nadelholz gefertigten Spatel, bei sehr gelinder Wärme zur Trockne, und gibt das krystallinische Pulver noch warm in vorher erwärmte, tarirte und gut zu verschliessende Glasflaschen oder in Gefässe von Steingut.

Will man das Präparat für den pharmaceutischen Gebrauch und ganz rein haben, dann muss das Auflösen des Eisens in reiner, von Schwefelsäure freier Salzsäure in einem Glaskolben vorgenommen werden und das Abdampfen der erhaltenen Auflösung in einer porcellanenen Schaale geschehen; oder, will man dasselbe in Krystallen (Fe Cl + 4 HO) darstellen, dann hat man die Solution so weit einzudampfen, bis sie eine Stärke von 42 bis 44 ° B. zeigt. Die erhaltenen grünen Krystalle werden schnell zwischen Druckpapier getrocknet und in wohlverschlossenen Gläsern aufbewahrt.

Von 100 Pf. Salzsäure zu 20 bis 21 ° B. und 26 bis 27 Pf. Eisen erhält man zwischen 70 und 74 Pf. eingetrocknetes Eisenchlorür.

Dasselbe erscheint meistens als ein schwach gelblich gefärbtes, äusserst selten als rein weisses Pulver, welches an der Luft begierig Wasser anzieht, zerfliesst, sich dabei partiell zersetzt und sich dann nicht vollständig mehr auflöst. Es schmeckt herbe, nachher süsslich zusammenziehend, tintenhaft, löst sich leicht in Wasser und Weingeist auf, schmilzt in der Wärme in seinem Wassergehalt und sublimirt bei abgehaltener Luft fast vollständig in farblosen Krystallen, beim Zutritt der Luft aber zersetzt es

Digitized by Google

sich, hinterlässt basisches Chlorid und bei fortgesetztem Glühen nichts als Eisenoxyd.

Das reine Salz ist auf Kupfer und Zinn zu untersuchen.

Eisenchlorid.

$Fe_2 Cl_3 + 6 HO$.

(Salzsaures Eisenoxyd; Ferrum sesquichloratum, Ferrum muriaticum oxydatum seu rubrum, Sal martis muriaticum; Sesquichlorure, ou Deutochlorure, ou Permuriate, ou Perhydrochlorate de fer; Perchloride, or Sesquich., or Perm., or Perhydroch. of iron.)

Man gibt in eine grosse irdene Schüssel 5 Pf. Eisenfeil-, Dreh- oder Bohrspäne (oder 7 Pf. kupfer-, messing- und zinnfreien und durch Absieben von Unreinigkeiten befreiten Hammerschlag), übergiesst dieselben mit 10 Pf. 17 bis 18grädiger schwefelsäurefreier Salzsäure; sobald die stürmische Einwirkung nachgelassen, setzt man nach und nach weitere 10 Pf. derselben Säure hinzu, stellt die Schüssel nach einer Weile ins Sandbad, digerirt so lange bis die Gasentwickelung aufhört, fügt, falls das Eisen noch nicht vollständig anfgelöst sein sollte, noch ein wenig Salzsäure hinzu und digerirt etwas länger. Die Auflösung wird filtrirt und es werden derselben noch 10 Pf. Salzsäure mittelst eines Glasstabes zugerührt, worauf man dieselbe in zwei grosse Schüsseln gleichmässig vertheilt und jeder Hälfte der Eisensolution langsam und, unter beständigem Umrühren mit einem langen Glasstabe $3\frac{3}{8}$ Pf. schwefelsäurefreier Salpetersäure von 25 ° B. (= 1,20 sp. Gew.) hinzufügt. Hierauf werden die Schüsseln auf einen nicht zu heissen Platz des Sandbades gestellt, deren Inhalt man hin und wieder mit dem Glasstabe umrührt und so weit eindampft, dass etwa $\frac{2}{3}$ der Flüssigkeitsmenge in ihnen verbleibt. Sodann verdunstet man unter fortwährendem Umrühren mit einem porcellanenen Spatel oder mit einem Glasstabe bis zur Syrupsconsistenz oder so weit, bis ein herausgenommener Tropfen auf

Digitized by Google

eine dicke Glasplatte gebracht, beim Erkalten gleichmässig erstarrt. Man entferne, ist dieser Zeitpunkt eingetreten, die Schüsseln aus der Wärme, rühre die Lauge bis zum Erkalten und fülle sie in schwach erwärmte und vollkommen trockene Gläser, welche man mit auf trockne Blase gelegten Körken verschliesst, mit Blase verbindet oder verpicht, und an einem trockenen und dunkeln Platze aufbewahrt.*

Statt die warme concentrirte Lauge zu rühren, also die Krystallisation zu stören, kann man dieselbe auch freiwillig erkalten lassen, wobei man indess selten gute Krystalle erhält, dabei auch das Unangenehme hat, dass das Salz mehr oder weniger feucht wird, die Ausbeute an Masse nicht so gross ist, sich viel verschmiert und mehr in das Auswaschewasser der Schüsseln zurückgeht, als im andern Falle.

Das krystallisirte Eisenchlorid bildet warzige Massen oder ein krystallinisches braungelbes Pulver, welches etwas nach Chlor riecht, stark sauer reagirt, im hohen Grade zusammenziehend schmeckt und sich in Wasser, Alkohol und Aether sehr leicht mit dunkel-goldgelber Farbe auflöst. Die ätherisch-alkoholische Auflösung des Eisenchlorids hat die Eigenschaft, am Tageslichte farblos zu werden (zu bleichen), indem das Eisenchlorid zersetzt und Eisenchlorür gebildet wird, und letzteres bleibt, wenn gleich in Aether unlöslich, doch durch den in der Flüssigkeit enthaltenen Weingeist aufgelöst. Auf dieses Verhalten des Eisenchlorides zu einem Gemisch von Aether und Alkohol stützt sich die Zubereitung jenes pharmaceutisch-chemischen Präparats, welches unter dem Namen Bestuscheff'sche Nerventinctur, eisenhaltiger Schwefelätherweingeist (Tinctura nervina Bestuscheffii, Spiritus sulphurico-aethereus martiatus) bekannt ist.

An der Luft zerfliesst das Eisenchlorid sehr schnell zu einer braungelben Flüssigkeit, welche man früher unter dem Namen Eisenöl *(Oleum martis)* kannte. Dem Lichte ausgesetzt, findet eine partielle Zersetzung statt; es entweicht, unter Bildung von Chlorür, ein Theil Chlor. In eine Retorte gebracht und erwärmt, zerfliesst es in seinem Krystallwasser, wobei Zersetzung stattfindet und Wasser destillirt, und wenn die trockne Masse bis zum Glühen erhitzt wird, gehen zuerst Chlor und Eisenchlorür über, dann sublimirt wasserfreies Eisenchlorid mit etwas Oxyd,

Digitized by Google

als ein dunkelrothes blättriges Salz, welches unter dem Namen: Sublimirtes salzsaures Eisenoxyd (Ferrum muriaticum oxydatum sublimatum) früher in Apotheken in Gebrauch war, und in der Retorte bleibt reines Eisenoxyd, als eine graue krystallinische Masse zurück, welche feinzerrieben ein karmoisinrothes Pulver bildet.

Wenn man das sublimirte Eisenchlorid darstellt, hat man, sobald die Retorte etwas erkaltet ist, dieselbe aus dem Sandbade zu nehmen, auf einen Bogen Papier zu stellen, den Obertheil derselben abzusprengen, den gelblichweissen Anflug von dem dunkelrothen blättrigen Salze vorsichtig zu trennen und das letztere, ohne Verzug, in vollkommen trockne Gläser mit guteingeriebenen Stöpseln zu geben.

Das Eisenchlorid kann durch Chlorür verunreinigt sein, welches durch rothes Blutlaugensalz (Kaliumeisencyanid) entdeckt wird; auch ist dasselbe auf Kupfer zu untersuchen.

Kalium-Eisencyanür.

$$2\,K\,Cy + Fe\,Cy + 3\,HO.$$

(Blausaures Kali, Eisenblausaures Kali, Blausaures Eisenoxydul-Kali, Blutlaugensalz; Kalium cyanatum ferratum, Kali ferro-borussicum, Kali borussicum, Kali zooticum; Ferrocyanate, ou Hydroferrocyanate de potasse, Prussiate de fer jaune; Ferrocyanide of potassium, or Ferrocyanate, or Prussiate, or Yellow prussiate of potassa.)

Man bedient sich zur Darstellung des blausauren Kalis stickstoffreicher thierischer Substanzen, als: Horn, Hufe, getrocknetes Blut und Fleisch, Haut- und Lederabfälle, sowie auch der aus diesen bereiteten Kohle; jedoch gebe ich der Kohle den Vorzug, nicht nur weil davon eine geringere Gewichtsmenge erforderlich ist, sondern auch, weil ich gefunden habe, dass man bei ihrer Anwendung eine grössere Ausbeute an Blutlaugensalz erzielt.

ten u. s. w. gaben 249 Pf., also etwa die Hälfte, an Kohle, und aus derselben erhielt ich 11 Pf., mithin $2\frac{1}{5}$ % blausaures Kali mehr, als aus anderen 500 Pf. ganz desselben, nicht verkohlten Hornabfalls. Da dieses Versuche waren, welche man vergleichsweise anstellte, braucht wohl kaum erwähnt zu werden, dass die Operationen des Schmelzens, des Auslaugens, des Eindampfens und des Krystallisirens der erhaltenen Lauge mit der grössten Genauigkeit ausgeführt wurden.

Was die Verkohlung der genannten thierischen Stoffe anbelangt, so ist darauf zu achten, dass dieselbe nicht zu weit getrieben werde, nicht so weit als die der Knochen für Beinschwarz und als Klärungsmittel; eine gemahlene Hornkohle von dunkelbrauner Farbe gibt mehr Blautlaugensalz als eine andere, welche schwarz oder grauschwarz erscheint.

Das Schmelzen geschah früher in der gewöhnlichen birnförmigen, am Boden mit einem angegossenen Dorn versehenen eisernen Muffel; später habe ich dasselbe in ovalen flachen Schaalen ausgeführt, die in Flammöfen eingemauert waren, und gefunden, dass in solchen mehr Schmelzungen gemacht werden können, als in den das Feuer umspielenden Muffeln, weil in den letzteren (den Muffeln) sich das Eisen schneller abnutzt, mürbe und durchlöchert wird, als in den in das Ofenbett eingesenkten Schaalen. Nach 150 bis 180 Schmelzungen in den Muffeln waren dieselben für diesen Zweck schon unbrauchbar, während die flachen Schaalen deren von 460 bis 480 aushielten.

Wenn nach längerem Gebrauch der Schaalen sich Vertiefungen in denselben zeigen, so lasse man diese nicht zu tief und nicht zu wirklichen Löchern einfressen, sondern nehme sie zeitig heraus, bohre an nicht zerfressenen Stellen Löcher hinein, flicke sie von Innen und Aussen durch Vernietung mit dickem Dampfkesseleisen und verdichte sie ausserdem noch mit einem Kitt aus feingeschlämmtem feuerfestem Thon, Eisenfeile und Blut. Wenn gleich diese Reparaturen nicht von übergrosser Dauer sind, so kann doch manche Schmelzung noch in einer solchen geflickten Schaale gemacht werden, und die Kosten für Abreissen und den Wiederaufbau einer Seite des Gewölbes werden durch den weiteren Gebrauch des Kessels hinreichend gedeckt.

Digitized by Google

Die birnförmige Muffel ist gewöhnlich 1 ½ b
in der Breite einen Durchmesser von 3 ½ und in
4′, ist am Halse, welcher, wie der ihm gegenübe
oder das Schwanzende, auf den schmalen Seiten
aufliegt, 12″ breit. Sie wird in einem Ofen so
das unter ihr brennende Feuer dieselbe umspiel
Seiten hinaufsteigende Flamme durch das nied
Ofens gezwungen wird, zugleich über die Oberfl
Muffel befindlichen Masse hinwegzustreichen.

Fig. 88.

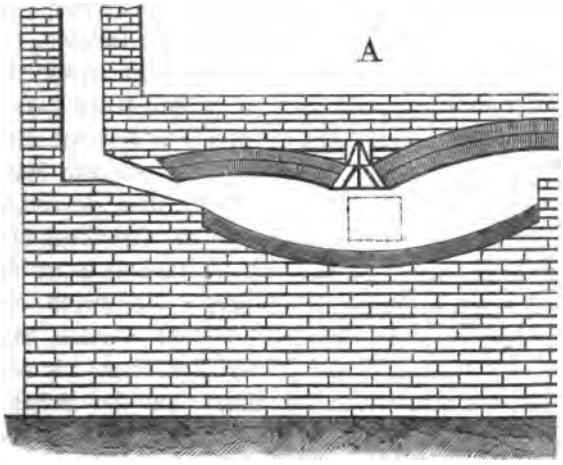
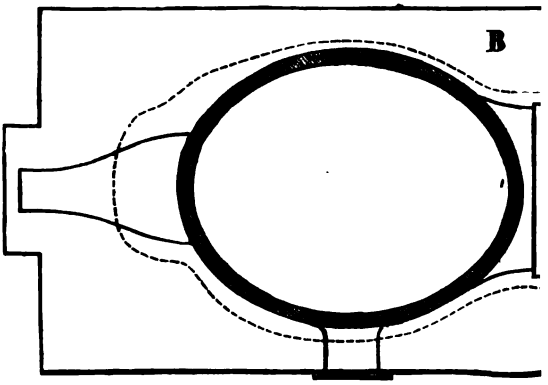


Fig. 89.



Digitized by Google

Vorstehende Zeichnungen A und B stellen einen Schmelzofen in senkrechtem Längendurchschnitte und im Grundrisse dar, dessen Heerdsohle jene ovale Schaale bildet, welcher oben erwähnt worden ist. Dieselbe, am Rande von $2\frac{1}{2}$ bis 3″ und im Boden von $1\frac{3}{4}$ bis 2″ stark aus Eisen gegossen, misst in der Breite $3\frac{1}{4}$, in der Länge $4\frac{1}{2}$′ und ist im Mittelpunkte von $6\frac{1}{4}$ bis höchstens 8″ tief. Die Schaale ist stark und fest eingemauert und hat einen etwas schräg aufspringenden, aus Charmottesteinen gemauerten Rand, damit beim Aufsteigen der Masse der Schaum wieder in die Schaale zurücktreten kann. Dieser hervorstehende Rand bildet auf den Längenseiten zugleich den Fuss des Gewölbes, während sich dasselbe an denbei den kurzen Seiten auf die Seitenwände des Grundes stützt und an die Esse (Kamin) lehnt, in welche die Züge von der Schaale aus hineingeleitet sind. Das Gewölbe ist ein gedrücktes oder sogenanntes abgesacktes und ist nach Art eines Kreuzgewölbes construirt, dessen Fuss in der Mitte zusammenstösst; der Sack hängt von $2\frac{1}{2}$ bis 3″ oberhalb der Schaalenfläche, wodurch die Flamme gebrochen wird und auf die Masse niederschlagen kann. Das Feuer brennt wie in allen derartigen Oefen über einem Roste und schlägt unterhalb des Gewölbes über die Feuerbrücke hinweg; in der einen Seite des Gewölbes ist eine 1′ hohe und ebenso weite Oeffnung angebracht, die durch eine gusseiserne Einsatzthür verschlossen und geöffnet werden kann und welche sowohl zum Eintragen der Materialien dient, als auch zum Umrühren und zum Entleeren der Masse aus der Schaale. Das Gemäuer dieses Ofens muss überall wenigstens 2′ oder darüber dick sein, damit die Hitze möglichst zusammengehalten und nicht zu sehr nach Aussen abgeleitet werde.

Wenn man einen solchen Ofen neu aufgeführt hat, lässt man ihn mehrere Tage unbenutzt, damit derselbe durch die Luft etwas austrockne, worauf man ihn sehr langsam zu heitzen anfängt und die Temperatur nach und nach bis zur Glühhitze steigert. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann werden 100 Pf. calcinirte Pottasche — möglichst frei von schwefelsauren Salzen, welche Bildung von Schwefelcyanverbindungen veranlassen — in den Ofen eingetragen und, sobald dieselbe gleichmässig und ruhig wie Oel fliesst, was man durch öfteres Umrühren mit einer heissgemachten eisernen Krücke beschleunigen kann, weil der Flamme dadurch stets neue Berührungspunkte dargeboten werden, dann beginnt

man mit dem Zusetzen eines innigen Gemenges
kohle und $2\frac{1}{4}$ Pf. Eisenfeilspäne oder $2\frac{3}{4}$ Pf. Han
diesem Gemenge trägt man schaufelweise, zu
9 Pf., in die schmelzende Pottasche ein und rü
der eisernen Krücke (Rechen) gut unter, wob
Flamme nach der Oeffnung zu hervorschlägt und
brausen stattfindet. Wenn das Aufbrausen vorüb
wieder in Fluss gekommen ist, setzt man wieder
hinzu, rührt gut um und fährt so fort, bis etw
Gemenges eingetragen ist. Beim Zusatz der er
Portion Kohle ist das Aufschäumen so stark,
herausgehen will; um dies zu verhüten, trägt
halbe bis eine ganze Schaufel voll (Kohle), ohn
zurühren, nach, wodurch der Schaum zurückgeha
gedrückt wird. Nach dem Eintragen der ersten
Gasentwicklung nach, die Flämmchen des brenne
gases, welche aus der Masse emporsteigen, sin
es hält immer schwerer die Masse wieder in ge
bringen, worauf das Feuer verstärkt wird; sobal
mehr flüssiggewordene Inhalt des Kessels zulässt.
Hälfte der Kohle in zwei Malen zugesetzt und je
gerührt, wobei nur geringe Gasentwickelung stat
ab, wo alle Kohle eingetragen worden ist, mus
zeitlang fortschäumende Masse gut gefeuert werd
ruhig wird und gleichförmig erscheint, wird es 2
dem Ofen zu entfernen, um anderweitige und
Zersetzungen zu verhüten. Die dickflüssige Mas
eiserner Löffel in eiserne Kessel oder Schaalen
man sie beinahe erkalten lässt; man häuft die
laugt sie noch vor dem gänzlichen Erkalten a
Ofen entleert ist, werden andere 100 Pf. Pottasc
eingetragen und es wird wie vorhin verfahren. I
tion des Schmelzens währt längstens $2\frac{1}{2}$ Stunde
Stunden 8 bis 9 Schmelzungen gemacht werden k

Die Kuchen dürfen nicht lange vorher, e
Auslaugen nimmt, zerschlagen werden, weil im e
Falle die pyrophorische Masse sich leicht entzün
zersetzt wird. Die erkaltete Schmelze besitzt
Farbe und wiegt von 113 bis 119 Pf., im Mittel
einzelne Operation.

Stieren, Chem. Fabrik.

Digitized by Google

werk nebeneinander so einsetzt, dass ein jeder sein eigenes Feuer erhält. Ausser diesen Kesseln sind bei dem Auslaugen noch 4 bis 6 hölzerne Bottiche von $4\frac{1}{2}'$ Höhe bei $3\frac{2}{3}'$ Weite und ebenfalls 4 bis 6 mit Leinwand ausgekleidete Körbe zum Filtriren der erhaltenen Lauge erforderlich und zwei Reservoirs, das eine für die siedewürdige, das andere zum Sammeln der schwachen Lauge bestimmt. Diese Sammelgefässe sind 5 bis 6′ hohe mit eisernen Reifen beschlagene Bottiche oder grosse eiserne Kessel.

Die Bottiche stehen auf einer, mindestens 2′ hohen, gezimmerten Unterlage und haben 3″ über ihren Böden hölzerne Hähne zum Abzapfen der klaren Lauge in untergestellte Kübel oder Eimer; bei Anwendung von Kesseln wird die Lauge durch Heber in die untergesetzten Gefässe abgelassen. Die 4 bis 6 niedrigeren Bottiche, deren ein jeder 2″ über dem Boden einen Hahn hat, stehen gleichfalls auf einer, mindestens 2′ hohen, festen Unterlage. In einem jeden dieser 4 oder 6 Bottiche ist etwa 4″ unter dem Rande ein starker, runder hölzerner Rahmen fest angebracht, welcher zur Aufnahme des mit nicht zu dichter Leinwand ausgekleideten Filtrirkorbes dient.

Wenn man mit dem Auslaugen der geschmolzenen Masse beginnt, so lässt man am Vorabend — weil bei allen länger fortdauernden Glüharbeiten in der Regel Morgens angefangen wird — in einen der eingemauerten Kessel etwa 16 bis 18 Eimer (200 bis 220 Quart) möglichst weiches Wasser laufen, gibt Feuer, erhitzt zum Sieden und trägt dann die den Tag über aus 4 bis 5 Schmelzungen hervorgegangenen, in nicht zu grosse Stücke zerschlagenen Kuchen unter Umrühren mit einem breiten eisernen Spatel nach und nach ein. Sobald die Kuchen sich im Kessel befinden, wird wiederholt so oft und so lange umgerührt, bis man mit dem Rührreisen keine Klumpen mehr findet, worauf das Feuer vorgezogen, der Kessel mit dem hölzernen Deckel bedeckt wird und über Nacht ruhig stehen bleibt. Denselben Abend lässt man in den zunächst folgenden der beiden anderen Kessel eine gleiche Menge Wasser, wie in den ersten laufen, sobald die erste Nacht-Schmelzung beinahe erkaltet ist, wird auch hier das Wasser zum Sieden gebracht, die zerschlagene Masse eingetragen und umgerührt, worauf man ein sehr schwaches Feuer

Digitized by Google

erhält, und wenn die zweite Schmelzung gleichfalls erkaltet ist, wird mit derselben ebenso verfahren, wie mit der ersten und so fort mit den übrigen. Den nächsten Morgen zieht man die Lauge aus dem ersten Kessel mittelst eines Hebers ab, seihet sie durch einen der Filtrirkörbe in den Bottich, lässt auf den Rückstand im Kessel etwa 12 Eimer Wasser laufen, macht unter beide Kessel Feuer und erhitzt zum Kochen, wobei zu bemerken ist, dass die Inhalte beider, vorzüglich aber der des zweiten, öfters umgerührt werden müssen. Wenn in dem zweiten Kessel alle Klumpen zergangen sind, wird das Feuer unter beiden vorgezogen, damit die Laugen abklären können. Jetzt zapft man die filtrirte Flüssigkeit durch den Hahn aus dem Bottich ab, gibt sie in das für die concentrirte Lauge bestimmte Reservoir, bringt die zweite Lauge aus dem Kessel auf das Filter, und wenn, durchgelaufen, sie noch mehr als 8 ° B. zeigt — was beim zweiten Aufguss meistens der Fall ist — wird sie der im Behälter bereits befindlichen concentrirten Flüssigkeit noch beigegeben. Solutionen über 8° kommen in das Reservoir für concentrirte Laugen, haben, wenn gemischt, eine Stärke zwischen 14 bis 20 ° B. und heissen siedewürdige, diejenigen aber, welche unter 8 ° zeigen, die schwachen, werden in den andern Behälter gegeben, und nennt man sie unterschiedshalber siedearme Laugen; diese dampft man deshalb nicht mit zur Krystallisation ein, sondern es werden dieselben, statt Wasser, zum heissen Aufweichen und Auslaugen neuer Schmelzungen verwendet.

Der Rückstand im ersten Kessel wird noch mit 6 bis 8 Eimer Wasser in der Wärme behandelt, worauf man die trübe Flüssigkeit nach und nach durch den Filtrirkorb seihet und den Rückstand so lange mit heissem Wasser aussüsst, bis das Filtrat nicht mehr als etwa $\frac{1}{2}$ Grad B. zeigt. Wie es mit dem Auslaugen der ersten 4 bis 5 Kuchen geschehen, verfährt man mit dem Inhalte des zweiten Kessels, und so fort die ganze Campagne aller Schmelzungen durch.

Der ausgelaugte, hellgrau gefärbte Rückstand, welcher aus Kohle, phosphorsaurem Kalk und Magnesia, Kieselerde und sehr wenig Kalisalz besteht, nimmt beim Liegen an der Luft eine gelblich-schwarzgraue Farbe an und kann als sehr guter Dünger benutzt werden. Wird derselbe durchaus vollkommen mit Wasser ausgesüsst, dann getrocknet, mit rohem, stinkendem Thieröl ge-

Digitized by Google

mischt und in Cylindern oder in irdenen Töpfen (wie bei dem Artikel »Schwefelbaryum« beschrieben) in einem Flamm-, oder Töpfer- oder einem ähnlichen Ofen gebrannt, dann erhält man ein vorzügliches Klärungsmittel für vegetabilische Flüssigkeiten.

Die siedewürdige, schmutziggelb aussehende Lauge zapft man klar ab und dampft sie in einer 9 bis 10″ hohen, aus Eisenblech gefertigten Pfanne, bei einer Temperatur von höchstens 95° C. bis zu einer Stärke von 32° B. ab, worauf sie in etwa 2′ hohe hölzerne Kübel (Wachsfässer) oder in gusseiserne oder eisenblecherne Gefässe zur Krystallisation abgelassen wird. Nach einigen Tagen zapft man die Lauge von den Krystallanschüssen ab, gibt sie in die Pfanne zurück, setzt mehr frische siedewürdige Lauge zu und dampft abermals zur Krystallisation ein. Das angeschossene Salz wird auf grossen irdenen oder gläsernen Trichtern, die man sich, wie a. a. O. angegeben, aus zerrissenen Säureballons selbst machen kann, oder auf über grossen Tenakeln ausgespannten Tüchern gesammelt. Man lässt das Salz bis zum nächsten Tage auf denselben, um die anhängende Lauge zu entfernen, und bringt es dann, um es später durch Wiederauflösen zu reinigen, in Fässer. Die Laugen werden so oft abgedampft, als man noch blättrige Krystalle erhält; das zuletzt ausgeschiedene schmierige Salz, dem kohlensaures Kali u. dgl. m. anhängt, nimmt man nicht dazu, sondern gibt es in die Mutterlauge zurück, welche man einstweilen bei Seite stellt.

Sämmtliches, aus den verschiedenen Krystallisationen gewonnene Rohsalz muss, um eine verkäufliche Waare zu erhalten, nochmals aufgelöst und krystallisirt werden. Man füllt damit einen der grossen eisernen Kessel zur Hälfte oder zu $\frac{3}{4}$ seines Rauminhalts mit möglichst weichem Wasser an, erhitzt zu 85 bis 90° C. und löst so viel von dem Rohsalz darin auf, dass eine erkaltete Probe eine Stärke von 21 bis 22° B. zeigt, worauf das Feuer entfernt, der Kessel zugedeckt wird, und man die Auflösung 15 bis 18 Stunden ruhig stehen lässt. Nach dieser Zeit haben sich die Unreinigkeiten zu Boden gelagert; man setzt nun einen Heber in den Kessel und leitet die klare Lauge in dichten Rinnen in die niedriger gelegene vollkommen gereinigte Blechpfanne, in welcher sie, durchaus den Siedepunkt nicht erreichen dürfend, zur Krystallisation verdunstet wird, worauf man dieselbe in die Wachsgefässe, welche in, mit Eisenblech ausgefutter-

Digitized by Google

ist die Krystallisation beendigt; man zieht die Lauge ab, bringt sie zum weiteren Verdampfen zurück in die Pfanne; wenn man noch mehr Rohsalz hatte, so war dieses in der Zwischenzeit schon in dem grossen Kessel in Wasser aufgelöst worden, und es wird nun die hier erhaltene klare Solution gleichfalls in der Pfanne zur Krystallisation concentrirt; die in dem Kessel verbliebene trübe Lauge wird durch Spitzbeutel klar filtrirt, ehe man dieselbe zum Verdampfen mit in die Pfanne gibt.

Die in den Kesseln angeschossenen Krystalle sammelt man auf Trichtern, und wenn die anhängende Lauge abgetropft ist, spühlt man sie mit einer geringen Menge kalten Wassers ab, trocknet sie sodann auf mit Papier belegten Horden und bewahrt sie an einem trocknen, jedoch nicht warmen Orte, in Fässer verpackt auf.

Man wiederholt das Verdampfen und Krystallisiren der Lauge so lange, als noch Salz erhalten wird und wenig Mutterlauge zurückbleibt, die man der Rohsalzmutterlauge beigibt. Die letzten Krystallanschüsse sind meistens für den Verkauf nicht tauglich genug, weshalb dieselben für sich umkrystallisirt, oder bei der nächsten Bereitung, mit dem Rohsalze zugleich, aufgelöst werden müssen. Die zusammengegossenen Mutterlaugen werden nochmals langsam zur Krystallisation verdampft, um, wo möglich, alles Blutlaugensalz aus denselben abzuscheiden, worauf man sie zur Trockne abraucht, glüht und, auf ihren Alkaligehalt geprüft, als Pottasche bei den nächsten Schmelzungen wieder mit verwendet.

Man erhält, für die einzelne Schmelzung berechnet, also aus 100 Pf. Pottasche, 70 Pf. guter thierischer Kohle und $2\frac{1}{2}$ Pf. Eisenfeile, durchschnittlich $23\frac{1}{2}$ Pf. eisenblausaures Kali; zu jeder einzelnen Schmelze wird etwa $\frac{1}{5}$ Klafter Fichten-Scheitholz erfordert.

Das Kalium-Eisencyanür krystallisirt in citronengelben, durchscheinenden, rechtwinklig vierseitigen Tafeln, hat einen süsslichbitterlichen Geschmack, ist weich, etwas biegsam, luftbeständig, verwittert aber in warmer Luft, löst sich in 4 kaltem und 2 Th. kochendem Wasser, nicht in Alkohol auf. Es verliert in der Wärme alles Wasser, schmilzt in höherer Hitze, wird schwarz,

Digitized by Google

zersetzt sich (Stickstoff- und kohlensaures Gas entweichen) und Cyankalium nebst Kohleneisen bleiben zurück.

Reines Blutlaugensalz muss mit destillirtem Wasser eine vollkommen neutral reagirende Auflösung geben, in welcher salpetersaurer Baryt keinen in Salpetersäure unauflöslichen Niederschlag und, weder Schwefelwassertoff und Ammoniak, noch Gerbesäure Veränderungen hervorbringen dürfen.

Kalium-Eisencyanid.

$$3\,K\,Cy + Fe_2\,Cy_3.$$

(Rothes Cyaneisenkalium, Blausaures Eisenoxydkali; Kalium cyanatum ferratum rubrum, Kali ferro-borussicum rubrum; Sesquiferrocyanate, ou Hydroferrocyanate, ou Prussiate de potasse rouge; Ferricyanide, or Cyanoferride of potassium, Red hydroferrocyanate, or Red prussiate of potassa.)

Man löst 4 Pf. Kalium-Eisencyanür in 16 bis 18 Quart destillirten Wassers auf, gibt die Auflösung in einen Säureballon oder besser in einen aus weisser Glasmasse geblasenen Kolben mit ziemlich kurz abgesprengtem Halse, um während der Operation von Zeit zu Zeit bequem Proben herausnehmen zu können. In diese Auflösung leitet man gewaschenes Chlorgas, aus 2 Pf. gemahlenem Braunstein und $5\frac{1}{2}$ Pf. 21- bis 22grädiger Salzsäure entwickelt, hinein, wodurch dieselbe bald nach Beginn der Gasentwickelung dunkelgelbgrün gefärbt wird, und zwar so lange, bis eine mit einer Pipette herausgenommene und gegen das Licht gehaltene Probe röthlich erscheint, vorzüglich aber, bis dieselbe mit Eisenoxydsalzsolution keine blaue Trübung oder Färbung mehr, sondern eine bräunliche Färbung gibt. Die röthlichgrüngelb gefärbte Auflösung wird in einer grossen porcellanenen Schaale im Sandbade bis auf den dritten Theil abgedampft und derselben bis zur schwach alkalischen Reaction tropfenweise und unter Umrühren mit einem Glasstabe Aetzkalisolution hinzugefügt, um eine geringe

Digitized by Google

Menge freies Chlor zu sättigen, weil, bei Vernachlässigung dieser Vorsicht, dasselbe zersetzend auf die spätere Krystallisation einwirken und ihnen einen Stich ins Bläuliche oder Grünliche ertheilen würde. Die Lauge wird bis zum Krystallisationspunkte eingedampft und an einen kühlen und dunkeln Ort gestellt. Die erhaltenen Krystalle sammelt man auf einem Trichter; die rückständige Lauge wird weiter zur Krystallisation abgedampft und dies so oft wiederholt, als noch reines Cyaneisenkalium anschiesst. Sämmtliche reine Krystalle werden in gelinder Wärme auf Druckpapier getrocknet und in einem schwarz angestrichenen oder mit schwarzem Papier überklebten Glase vor Lichtzutritt geschützt. Die beiden letzten Anschüsse enthalten etwas Chlorkalium; sie werden umkrystallisirt und dadurch gereinigt, oder bei der nächsten Bereitung wieder mit aufgelöst.

Es wurden aus 4 Pf. Blutlaugensalz im Durchschnitt $2\frac{7}{8}$ Pf. Kalium-Eisencyanid erhalten.

Dasselbe krystallisirt in schönen rubinrothen, durchsichtigen rhombischen Prismen von ansehnlicher Grösse (— ich habe dieselben öfters grösser als $1\frac{1}{2}''$ lang und $\frac{1}{8}$ bis $\frac{3}{16}''$ dick gehabt —), ist geruchlos, hat einen kühlend salzigen und zugleich etwas metallischen Geschmack, löst sich in $3\frac{1}{2}$ Th. kalten Wassers — nicht in 38 Th., wie die meisten chemischen Lehrbücher unrichtig angeben — , erfordert weniger als 2 Th. kochendes Wasser und ist in Alkohol unlöslich; seine Auflösung reagirt neutral. Es enthält kein chemisch gebundenes Wasser, verwittert nicht, verbrennt in der Lichtflamme mit Lebhaftigkeit unter Aussprühen von Eisenfunken. Dasselbe kann durch Kalium-Eisencyanür verunreinigt sein und gibt dann in einer Eisenoxydsolution blaue Trübung.

Eisencyanür-Cyanid.

$$3\,Fe\,Cy + 2\,Fe_2\,Cy_3 + 9\,HO.$$

(Berlinerblau, Blausaures Eisen, Eisenblausaures Eisenoxyd; Ferrum cyanatum et sesquicyanatum, Ferrum hydrocyanicum, Coeruleum berolinense; Ferrocyanate de peroxide de fer, Cyanure de fer, Bleu de Prusse; Ferrocyanate of iron, Prussian blue.)

Das gewöhnliche Berlinerblau (Bleu de Prusse de Commerce; Common prussian blue) stellt man im Grossen hauptsächlich nur aus Eisenvitriol dar; derselbe muss aber möglichst frei von Kupfersalz sein, weil im entgegengesetzten Falle eine schmutzig-violette Färbung des Artikels hervorgerufen wird. Statt des Eisenvitriols kann mit Vortheil jene eisenchlorür (und chlorid-) haltige Mutterlauge verwendet werden, welche bei Zersetzung des Eisenvitriols durch Kochsalz, für Gewinnung von Glaubersalz (m. s. bei diesem) zurückbleibt. Da aber der von den Vitriolhütten stammende grüne Vitriol auch Kupfer- und Zinkvitriol enthält, so hat man das Kupfer aus dieser Mutterlauge durch metallisches Eisen zu fällen, ehe man dieselbe durch Blutlauge oder durch eine Auflösung des krystallisirten Blutlaugensalzes zersetzt.

Man thut wohl, die Vitriollösung, unter Zusatz von 4 bis 6 Procent der rohesten zu 36° B. gemischten Salpetersäure aus der ersten, dem Cylinder zunächst stehenden Vorlage (deren Gehalt an Schwefelsäure, Salzsäure, Eisen dabei nichts schadet) und 3 bis 4 Procent 66grädiger Schwefelsäure vom Gewicht des aufgelösten Salzes, längere Zeit an der Luft stehen zu lassen und täglich mehrmals umzurühren. Tags vor dem Niederschlagen lässt man dieselbe unangerührt stehen, um von der Lauge klar in die Präcipitirfässer abziehen zu können. Diese Gefässe sind grosse Bottiche, welche einen Rauminhalt von 45 bis 50 Eimern (540 bis 600 Quart) haben, und in denen vier Zapflöcher, nicht in der Richtung über einander, sondern an verschiedenen Stellen, das eine höher als das andere, zum Ablassen der geklärten Flüssigkeit angebracht sind.

Will man die oben erwähnte eisenchlorür-chloridhaltige Mutterlauge zur Bereitung des Berlinerblaus verwenden, so hat man, nachdem das Kupfer durch Eisen abgeschieden worden ist, dieselbe

Digitized by Google

nicht zu grossen) Menge roher Salzsäure von den Condensatoren zu versetzen, um sie zu klären, d. i. basisches Salz aufzulösen, sowie etwas der oben erwähnten rohen Salpetersäure hinzuzufügen.

Man führt im Handel verschiedene Arten von Berlinerblau, unter ebenso verschiedenen Namen, vom tiefsten Dunkel- bis zum lichtesten Hellblau hinauf. Diese Farbenabstufungen werden durch grössere oder geringere Mengen fremder Substanzen erhalten, deren eine man mit dem Blau zugleich niederschlägt (die Thonerde aus dem Alaun) oder die übrigen dem feuchten Niederschlage beimengt. als: Schwerspath, Gyps, Thonerdehydrat, feingemahlenen weissen Thon, Kreide, Magnesia, Stärke, theils um dem Artikel mehr Körper zu geben, theils um, wie bereits bemerkt, heller und zugleich wohlfeiler darzustellen, wodurch die eine Beimischung eine leichtere, die andere eine schwerere Waare gibt. Um die Thonerde aus dem Alaun gleichzeitig mit Blau niederzuschlagen, kann nur Blutlauge oder die Mutterlauge des Blutlaugensalzes angewendet werden, weil in ihnen kohlensaures Kali enthalten ist, welches den Alaun zersetzt, nicht aber zugleich eine gebeitze, d. i. eine mit Salz-, Salpeter- oder Schwefelsäure gesäuerte Eisensolution steht hier zu verwenden, sondern man hat in diesem Falle eine neutrale Auflösung des Eisenvitriols zu gebrauchen.

Beim gleichzeitigen Niederschlagen mit Alaun bringt man zuerst heisse 20grädige Blutlauge oder heisse mit Wasser zu 20° verdünnte Mutterlauge (von Blutlaugensalz) in den Bottich, und setzt dann, unter Umrühren, so lange von einer ebenfalls heissen Alaun-Auflösung hinzu, als noch Aufbrausen und Niederschlag erfolgt.

Nachdem dieses geschehen, setzt man so viel von einer neutralen, längere Zeit an der Luft gestandenen und ebenfalls heissgemachten Eisenlösung hinzu, als noch Niederschlag erzeugt wird; alsdann giesst man weiches Wasser hinzu, bis der Bottich beinahe ganz angefüllt ist, rührt nochmals gut um und lässt einige Tage zum Abklären stehen. Sobald der Präcipität sich tief gesetzt hat, lässt man die Flüssigkeit so weit ab, als immer möglich, und füllt den Bottich zur Hälfte mit siedend heissem Wasser; man rührt das Gemisch während der nächsten 48 Stunden öfters durch, um

Digitized by Google

dem Breie Farbe zu geben, d. i. ihn mehr mit dem atmosphärischen Sauerstoff in Berührung zu setzen, worauf der Bottich mit Wasser gefüllt wird. Nach dem Absetzen zieht man die Flüssigkeit wiederum ab und süsst den Niederschlag so lange aus, bis Barytsolution fast keine Trübung mehr in dem Waschwasser hervorbringt.

Derselbe wird auf mehrere mittelgrosse über Rahmen ausgespannte leinene Tücher gebracht, und wenn das Wasser durch Rütteln entfernt ist, werden die Tücher zusammengeschlagen und etwas gepresst. Nach dem Pressen bringt man das Blau auf glatt und waagerecht abgehobelte Bretter, am besten aus Buchenholz (nicht aus Nadelholz) gefertigt und mit $1\frac{1}{2}$" hoch aufstehenden Randleisten versehen, klopft und drückt die Farbe in diese Formen nicht allzu fest und so ein, dass die Oberfläche derselben egal ist, und schneidet sie nach gelindem Abtrocknen vermittelst Messer, deren 4 bis 5 Klingen von Kupfer sind, nach dem Lineale in gleichgrosse, möglichst quadratische Stücke. Die Bretter werden einige Tage auf einen luftigen und schattigen Boden gesetzt, und wenn zwischen den einzelnen Stückchen weitere Lücken entstehen, mithin dieselben kleiner werden, bringt man die mit dem Blau besetzten Bretter in die Trockenkammer, woselbst die Farbe bei keiner höheren Temperatur als zwischen 25 und 28° C. langsam getrocknet wird. Nach dem Trocknen werden die Stücke auf einem Geflecht von dickem Eisendraht unter einem Mantel von Eisenblech zwischen 80 und 85° C. erhitzt und langsam wieder abgekühlt, wodurch das Blau an Farbenton gewinnt und mehr Glanz erhält.

Das so dargestellte Berlinerblau hat eine helldunkelblaue Farbe; in helleren Tönen kann man dasselbe ganz nach Belieben erhalten, wenn man, wie oben gesagt, dem ausgesüssten noch feuchten Niederschlage feinzertheilte weisse Substanzen in verschiedenen Verhältnissen zusetzt, wozu von mir Alaun auf folgende Weise — auch wohl Magnesia — verwandt wurde. Ob man in diesem Falle nur eine neutrale oder eine gebeitzte Vitriol- oder eine Eisenchlorür-Chloridauflösung in Arbeit nimmt, bleibt sich gleich, nur ist es dabei erforderlich, den Eisengehalt der einen oder der andern genau zu kennen, um sich zum Hervorbringen der gewünschten Farbennüance mit dem Alaunzusatz darnach richten zu können.

Digitized by Google

In einem reinen eisernen Kessel werden 50 Pf. krystallisirtes blausaures Kali in etwa 20 Eimern (240 Quart) weichen Wassers im Kochen aufgelöst; die Auflösung bringt man in einen Präcipitirbottich und bedeckt denselben mit einem Deckel. Hierauf verfährt man mit anderen 50 Pf. blausaurem Kali auf gleiche Weise, bringt die Solution in einen zweiten Bottich und verschliesst auch diesen mit einem Deckel. Nachdem der Kessel mit Wasser rein gewaschen und das Waschwasser in einen der beiden Bottiche gegeben worden, löst man 45 Pfund kupferfreien Eisenvitriol in 20 Eimer weichen Wassers im Kochen auf und setzt die Auflösung heiss dem Inhalte des einen der Bottiche unter stetem Umrühren hinzu; hierauf werden andere 45 Pf. Vitriol auf gleiche Weise aufgelöst und bringt man die Auflösung unter Umrühren in den zweiten Bottich; beide Gefässe werden nun ganz mit Wasser angefüllt, die Deckel aufgelegt und einige Tage stehen gelassen. Sobald sich die Niederschläge so tief als möglich gesetzt haben, wird die Flüssigkeit von beiden abgelassen, dann wieder ganz mit Wasser gefüllt, gut umgerührt und die Deckel werden ebenfalls wieder aufgelegt. Wenn nach diesem zweiten Uebergiessen sich die Präcipitate wieder gelagert haben und die Flüssigkeit von beiden abgelassen ist, giesst man in den Brei eines jeden Bottichs 1 Pf. Schwefelsäure zu 66° B., rührt während einiger Stunden öfters um und füllt dann wieder mit Wasser, worauf später noch zweimal ausgesüsst wird. Jetzt löst man 37½ Pf. Alaun in dem eisernen Kessel in 25 Eimern (300 Quart) heissen Wassers auf, gibt die Auflösung in den dünnen Brei einer der Bottiche und fertigt für den zweiten Bottich eine gleiche Solution an. Man lässt vollkommen abkühlen und setzt dann unter stetem Umrühren so lange einmal über Kohle rectificirten Hornspiritus hinzu, als noch Aufbrausen stattfindet und in einer filtrirten Probe auf fernern Zusatz von kohlensaurem Ammoniak (Hornspiritus) keine Trübung mehr hervorgebracht wird. Man füllt nun die Bottiche ganz mit Wasser, rührt tüchtig durch, wäscht wiederholt so oft mit Wasser aus und verfährt im Uebrigen mit den ausgesüssten Niederschlägen ganz so, wie oben ausführlich angegeben worden ist.

Wenn man, statt des aus dem Alaun gefällten Thonerdehydrats, das Blau durch Magnesia verdünnen will, dann ist es weniger rathsam, getrocknete kohlensaure oder gebrannte Magnesia mit Wasser zum feinen Brei anzurühren und dem Niederschlage unter-

Digitized by Google

zumischen, sondern besser, frisch gekochte Magnesia, so wie sie aus dem Kessel geschöpft wird, im proportionalen Verhältniss dazu anzuwenden, weil die Magnesia sich in diesem Zustande gleichförmiger und inniger mit dem Cyaneisen-Niederschlage vermischt.

Von 100 Pf. Blutlaugensalz, 90 Pf. reinem Eisenvitriol und 75 Pf. Alaun erhält man zwischen 93 bis 97 Pf. Berlinerblau.

Das dunkele Blau wird gewonnen, wenn man den aus einer der gebeitzen Eisensalz-Auflösungen durch Kalium-Eisencyanür oder dessen Mutterlauge erhaltenen Niederschlag, nach einem zweimaligen Auswaschen, mit 1 Pf. concentrirter Schwefelsäure übergiesst und etwa 10 Eimer Wasser zusetzt, während der nächsten 48 Stunden öfters umrührt, dann den Bottich ganz mit Wasser anfüllt und nach und nach so weit aussüsst, bis in einer abfiltrirten Probe des Waschwassers durch Barytsolution keine starke Trübung mehr hervorgebracht wird. Jeder Zusatz fremder Substanzen wird hierbei natürlich unterlassen, im Uebrigen aber wie oben verfahren. Man erhält hier von 100 Pf. Blutlaugensalz und 90 Pf. Vitriol zwischen 79 bis 83 Pf. dunkles Berlinerblau.

Bereitung des dunkeln und des hellen Pariserblaus. In einem kupfernen Kessel, welcher 35 bis 40 Eimer hält, werden 100 Pf. eisenblausaures Kali in 28 bis 30 Eimern siedendem Flusswasser aufgelöst; die Auflösung schöpft man, durch Rinnen laufend, in einen hohen Bottich, der Kessel wird mit etwas Wasser nachgewaschen, auch dieses in den Bottich gebracht und derselbe darauf mit einem hölzernen Deckel bedeckt. Während des Absetzens dieser Lauge löst man in demselben Kessel 80 Pfund reinen kupferfreien Eisenvitriol in 12 bis 14 Eimern gleichfalls siedenden Wassers auf, schöpft die Lauge in einen andern Bottich, wäscht den Kessel mit etwas Wasser nach und bringt auch dieses in den Bottich. Sobald sich beide Flüssigkeiten gesetzt haben, lässt man beide zugleich aus an den Bottichen angebrachten Hähnen in das grosse Präcipitirfass laufen, wobei ununterbrochen umgerührt werden muss. Auf den Rückstand in jedem Absatztubben bringt man noch 2 Eimer heisses Wasser, und, sobald geklärt, lässt man das Waschwasser noch nachlaufen; sollte dasselbe trübe sein, muss es, wenigstens das letzte, filtrirt werden. Nachdem sich während einiger Tage ruhigen Stehens der Niederschlag abgesetzt hat, wird die klare Flüssigkeit (haupt-

Digitized by Google

sächlich schwefelsaures Kali) abgelassen und der erstere auf leinene über hölzerne Rahmen ausgespannte Filtrirtücher gebracht. Wenn alle Lauge abgetropft ist, schlägt man die dickbreiige Masse in den reinen kupfernen Kessel, zerrührt sie mit dem Spatel in etwa 5 Eimern Flusswasser und erhitzt zum Kochen, worauf man 30 Pf. gewöhnliche Salpetersäure zu 27° B. unter Umrühren hinzusetzt und noch einige Minuten kocht. Jetzt gibt man die Mischung in einen niedrigen und dabei weiten Bottich (Zuber), welcher etwa zur Hälfte damit angefüllt wird, giesst sogleich, unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, 26 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. hinzu und lässt 3 bis 4 Tage oder so lange ruhig stehen, bis die gleich zu Anfang eingetretene Gährung aufhört d. i. bis sich kein salpetrigsaures Gas mehr entwickelt. Nach diesem Zeitverlauf vertheilt man die Masse in zwei Präcipitirbottiche, füllt sie mit Wasser und süsst so lange aus, bis in dem Waschwasser, auf Zusatz von salpetersaurer oder salzsaurer Barytsolution, keine oder auch nur geringe Trübung entsteht; die Niederschläge werden auf leinenen Tüchern gesammelt, gepresst, geschnitten, getrocknet, und zwar ganz auf dieselbe Art wie beim Berlinerblau beschrieben worden ist. Man erhält von 100 Pf. Blutlaugensalz zwischen 80 bis 85 Pf. Pariserblau.

Das helle Pariserblau wird durch dasselbe Verfahren erhalten, nur mit dem Unterschiede, dass der Farbenbrei mit dem Vitriolöl gekocht wird, man die gekochte Masse in den Zuber gibt und hier erst die Salpetersäure zusetzt. Schliesslich ist noch zu bemerken, dass sämmtliche hölzerne Geräthschaften, welche bei der Bereitung des Berliner- und Pariserblau's gebraucht werden, aus Fichten- oder überhaupt aus Nadelholz gemacht sein müssen; alle aus hartem Holze d. i. Eichen-, Buchenholz u. s. w. gefertigte, sind zu verwerfen.

Zur Darstellung des reinen Berlinerblau (Pariserblau; Coeruleum berolinense seu parisiense; Bleu de Prusse pur; Pure prussian blue) zersetzt man eine verdünnte schwefelsaure Eisenoxydsolution (m. s. w. u.) oder eine solche des Eisenchlorids durch eine verdünnte Auflösung des krystallisirten Blutlaugensalzes in destillirtem oder klarem Regenwasser, wodurch sogleich ein schöner dunkelblauer Niederschlag gebildet wird. Man süsst denselben anhaltend und so lange mit destillirtem Wasser aus, bis in einer abfiltrirten Probe des Waschwassers durch Baryt- oder

Silbersolution nicht die geringste Veränderung mehr bewirkt wird, worauf der Niederschlag auf leinenen Tüchern gesammelt, gepresst und, erst in gelinder, dann in stärkerer Wärme getrocknet wird.

Reines Berliner- oder Pariserblau erscheint in gleichförmigen oder in zerbrochenen, dunkelblauen Stücken, hat einen muschligen Bruch und ist von kupferrothem Metallglanz. Das ordinaire, mit anderen Substanzen versetzte Blau hat einen erdigen Bruch, ist heller von Farbe und hat nicht den metallglänzenden Schein des reinen Artikels. Das reine ist ohne Geruch und Geschmack, in Wasser wie in Alkohol, Salzsäure und Schwefelsäure unlöslich. Salpetersäure zersetzt dasselbe und löst es auf; verdünnte Aetzkalilauge zersetzt es, unter Bildung von Eisenoxyd und Blutlaugensalz. In starker Hitze wird es zersetzt in Cyanammonium, kohlensaures Ammoniak, Wasser u. s. w. und reines Eisenoxyd bleibt als Rückstand. Das reine ist zu prüfen: auf Salzsäure, Schwefelsäure, Eisen, Thonerde u. s. w.

Schwarzes Eisenoxydul.

$(Fe\,O + Fe_2\,O_3)$ und $(Fe\,O + Fe_2\,O_3) + H\,O$.

(Eisenoxyduloxyd, Eisenmohr; Ferrum oxydulatum nigrum, Ferrum oxydulato-oxydatum, Aethiops martialis; Oxide de fer noir, Ethiops martial; Black oxide of iron.)

Das schwarze Eisenoxydul lässt sich auf mehrfache Weise darstellen: Durch Glühen eines Gemenges von 71 Th. Eisenoxyd und 20 Th. feingepulverter Eisenfeile; dass man zum feinen Pulver geriebenes Eisenoxydhydrat (sogen. kohlensaures Eisenoxyd) mit so viel fettem Oel, Mohnöl, Leinöl u. s. w. durcharbeitet, bis eine gleichförmige, feuchte, bröckliche Masse entsteht, welche in einem bedeckten Schmelztiegel oder in einer gläsernen Retorte geglüht wird; dass man reine Eisenfeile mit Wasser übergiesst

Digitized by Google

und das sich nach und nach bildende schwarze Pulver abschlämmt; durch Kochen von Eisenoxydhydrat mit Wasser und Eisenfeile oder, dass man eine Auflösung von gleichen Aequivalenten schwefelsaurem Eisenoxyd und schwefelsaurem Eisenoxydul durch Aetzammoniak zerlegt.

Ich habe dieses Präparat vielmals dargestellt, früher theils durch Oxydation des Eisens mittelst Wasser, meistens aber durch Glühen eines mit Oel angefeuchteten Eisenoxydes und in späterer Zeit lediglich nur nach der zuletzt angeführten Methode.

Was die Darstellung des Eisenmohrs nach der ersten Methode anlangt, so gibt man in mehrere kleine, flache, irdene Schüsseln, deren eine jede etwa 6 Quart Wasser fasst, 1 bis $1\frac{1}{2}$ Pf. feingepulverte, reine Eisenfeile, füllt dieselben beinahe ganz mit Wasser an, stellt sie an einen gelinde erwärmten Platz und rührt sie hin und wieder um, während man das verdunstete Wasser durch frisches ersetzt und die Schaalen stets damit angefüllt erhalten werden müssen. Man lässt das Wasser so lange auf die Eisenfeile einwirken, bis sie grösstentheils in ein schwarzes Pulver — Oxyduloxyd — verwandelt worden ist, worauf man dasselbe von dem nicht oxydirten Eisen abschlämmt, dafür aber sorgt, dass der an dem Obertheil der Seiten und am Rande der Schüsseln haftende dunkelbraune Beschlag, welcher grösstentheils Oxyd ist, nicht mit abgewaschen und dem schwarzen Pulver beigegeben werde. Man sammelt den Niederschlag auf einem nicht zu losen leinenen Tuche, presst, nachdem alles Wasser abgelaufen, ziemlich stark aus, trocknet in gelinder Wärme und bewahrt ihn in einer verschlossenen Glasflasche auf.

Es wurde in der ersten Hälfte der dreissiger Jahre in einem pharmaceutisch-chemischen Journale, ich glaube es war in Buchner's Repertor. f. d. Ph., die Mittheilung gemacht, man solle, um beim Trocknen des Eisenmohrs die Bildung von mehr Oxyd zu verhindern, den abgeschlämmten, noch feuchten Niederschlag in einer Flasche mit starkem Alkohol übergiessen und ihm dadurch das anhängende Wasser entziehen, dann auf's Filter bringen und ihn trocknen. Ich habe das versucht, allein nichts Vortheilhaftes dabei erkannt, im Gegentheil gefunden, dass eine Portion Niederschlag, mit Alkohol abgewaschen, nach dem Trocknen einen Stich in's Bräunliche zeigte, während ein anderer, nicht mit Al-

kohol behandelter Theil, von übrigens demselben Niederschlage, seine volle Schwärze beibehalten hatte.

Obgleich diese Methode langwierig, so ist sie, ohne Zweifel, dennoch die billigste; wenn man mehrere Schüsseln mit Ansätzen stehen hat, dann kann man sich mit geringer Mühe eine gute Portion des Eisenmohrs verschaffen, und wenn vorsichtig geschlämmt und getrocknet, erhält man ein sehr zartes, schwarzes Pulver von tadelloser Beschaffenheit.

Wenn man mit fettem Oel durchdrungenes Eisenoxydhydrat in einem bedeckten Graphittiegel oder in einer im Sandbade liegenden gläsernen Retorte geglüht hat, muss man wohl darauf achten, den Inhalt des einen oder des anderen Gefässes durch und durch erkalten zu lassen, ehe man denselben mit der atmosphärischen Luft in Berührung bringt, weil im Unterlassungsfalle sich das Präparat, so zu sagen »unter den Händen« in Oxyd wieder verwandelt, wie, gedrängt zur Abgabe eines in Arbeit befindlichen Eisenmohrs, ich selbst es einmal erfahren habe; die Begierde des warmen Präparats, Sauerstoff aus der Atmosphäre anzuziehen, war dabei so gross, dass dasselbe an mehreren Punkten stark rothglühte. *)

Man erhält auf diese Weise ein Eisenoxyduloxyd, welches feinzerrieben als ein völlig kohlschwarzes Pulver erscheint, stets aber Kohle und metallisches Eisen beigemengt enthält.

Nach der dritten Methode verschafft man sich zuerst schwefelsaures Eisenoxyd. In einen 20 bis 22 Quart haltenden Glaskolben mit kurz abgesprengtem Halse, bringe man 8 Pf. reinen Eisenvitriol, übergiesse denselben mit 4 Quart Wasser, füge darauf 1 ½ Pf. Schwefelsäure von 66 ° und 2 Pf. gewöhnliche Salpetersäure von 25° B. hinzu, setze den Kolben in's Sandbad und erhitze so lange als sich noch gelbbraune Dämpfe entwickeln. Wenn ein aus dem Kolben herausgenommener Tropfen, mit einem Tropfen Kalium - Eisencyanidsolution vermischt, eine bräunliche Färbung hervorruft, so ist das Eisen vollkommen oxydirt, wird das Gemisch aber blau, so muss noch etwas Salpetersäure zugesetzt und länger digerirt werden, was indess, wenn von Vorn-

*) Buchner's Repertorium f. d. Ph. 1835. Bd. 55. S. 228.

Digitized by Google

herein nicht zu stark erhitzt wurde, selten nöthig ist. Die Solution wird mit 12 bis 15 Quart Wasser verdünnt, wenn nöthig filtrirt, in einen grossen Steintopf gegeben, dann mit einer klaren Auflösung von 4 Pf. Eisenvitriol in 8 bis 10 Quart Wasser vermischt und nun so lange Aetzammoniakauflösung, unter Umrühren mit einem Glasstabe oder einem hölzernen Spatel, hinzugesetzt, als noch ein Niederschlag entsteht. Nach wiederholtem Dekantiren der Flüssigkeit vom Präcipitate und Uebergiessen mit frischem kaltem Wasser, wird derselbe auf einem dichten leinenen Tuche gesammelt, in gelinder Wärme getrocknet und in einer wohl verschlossenen Glasflasche aufbewahrt.

Zu den in Arbeit genommenen Mengen Vitriols und der Säuren wurden 22 Pf. Aetzammoniak von 0,972 sp. G. (= 14° B.) verbraucht, und man erhielt $3\frac{1}{16}$ Pf. Eisenoxyduloxyd.

Der so dargestellte Eisenmohr bildet feingerieben ein schwarzes, schwach in's Bräunliche scheinendes Pulver, welches weder Geruch noch Geschmack besitzt. Als vollkommen rein betrachtet, darf derselbe weder schwefelsaures Salz, noch freies Oxyd, weder metallisches und Schwefel-Eisen, noch Kohle enthalten und, ausser diesen, würde er noch auf Kupfer und Zink zu untersuchen sein.

Eisenoxydhydrat.

$2\,Fe_2\,O_3 + 3\,HO$ und $Fe_2\,O_3 + 3\,HO$.

(Braunes Eisenoxyd, Eröffnender Eisensafran; Ferrum oxydatum hydraticum, Ferrum oxydatum fuscum, Crocus martis aperitivus; Peroxide de fer hydraté, Oxide de fer rouge hydraté; Hydrated peroxide or sesquioxide of iron, Aperitive saffron of mars.)

1. Bereitung des anderthalbfachen Hydrats mit 14,7 % Wasser.

Man löst in einem blankgescheuerten eisernen Kessel, welcher mindestens 12 Eimer hält, 20 Pf. reinen Eisenvitriol in 5 Eimer

siedendem destillirtem Wasser auf, und fügt der Solution, unter beständigem Umrühren, nach und nach so lange eine concentrirte Auflösung von krystallisirter Soda hinzu bis kein Aufbrausen mehr entsteht und in einer abfiltrirten Probe, auf Zusatz von der Sodasolution keine Veränderung mehr hervorgebracht wird. Man entleert den Kesselinhalt in einen Bottich, füllt denselben ganz mit Wasser an, lässt absetzen, zieht die geklärte Flüssigkeit ab, giesst wieder destillirtes Wasser auf und süsst so lange aus, bis Barytsolution keine Trübung mehr in dem Waschwasser verursacht, worauf der Niederschlag auf einem leinenen Tuche oder Spitzbeutel gesammelt und auf Papier ausgebreitet, auf dem luftigen Boden oder in gelinder Wärme getrocknet wird.

Kohlensaures Kali, aus Pottasche gewonnen, zum Niederschlagen anzuwenden, ist nicht rathsam, weil der Präcipitat durch Kieselerde verunreinigt werden würde.

Die Zersetzung des Eisenvitriols durch kohlensaures Natron kann ebensowohl in einem Bottich bei gewöhnlicher Temperatur geschehen, allein, da hier der Niederschlag sehr voluminös ist, so wird das Aussüssen umständlicher und währt länger, als bei dem heiss präcipitirten Artikel, welcher dichter ist.

Zu 20 Pf. Eisenvitriol wurden 21 $\frac{5}{8}$ Pf. krystallisirtes kohlensaures Natron erfordert, und man erhielt 6 $\frac{3}{4}$ Pf. Eisenoxydhydrat, in Form eines gelbbraunen Pulvers.

2. Bereitung des dreifachen Hydrats, mit 25,57 % Wasser.

Dieses Hydrat wird durch Zersetzung einer schwefelsauren Eisenoxyd- oder einer Eisenchloridsolution mittelst Aetzammoniak dargestellt.

In zwei grosse Glaskolben, deren Hälse kurz abgesprengt sind, bringt man, in einen jeden 12 Pf. kupferfreies schwefelsaures Eisenoxydul, 6 Quart reines Wasser, 2$\frac{1}{4}$ Pf. Schwefelsäure zu 66° B. und 3 Pf. gewöhnliche Salpetersäure zu 25° B., setzt dieselben in's Sandbad und erhitzt so lange, als ein aus jedem Kolben herausgenommener Tropfen mit Kalium-Eisencyanidsolution in Berührung gebracht nicht mehr blau, sondern bräunlich gefärbt wird. Die Kolben werden nun so weit mit Wasser gefüllt,

Digitized by Google

dass sich die Auflösungen noch bequem umschütteln lassen, worauf sie in einen 16 bis 18 Eimer fassenden Bottich gegeben, wenn nöthig filtrirt, mit 10 bis 12 Eimer destillirtem Wasser verdünnt, und so lange unter Umrühren mit Aetzammoniakauflösung versetzt werden, als noch ein Niederschlag entsteht. Nach dem Absetzen des Präcipitats wird die klare Flüssigkeit abgelassen, wieder frisches Wasser aufgegeben und damit so lange fortgefahren, bis jegliche Spur des gebildeten schwefelsauren Salzes entfernt ist; den Niederschlag gibt man auf leinene Seihetücher oder Spitzbeutel, und wenn sämmtliches Wasser abgetropft ist, wird der Niederschlag gepresst und in gelinder Wärme getrocknet.

Zur Zersetzung der in Arbeit genommenen Vitriol- und Säuremengen bedurfte man 50 Pf. Aetzammoniaksolution zu 14° B. (= 0,972 sp. G.), und es wurden erhalten 8 $\frac{7}{8}$ Pf. Eisenoxydhydrat, feinzerrieben ein rothbraunes Pulver bildend.

Es ist nicht rathsam, die Auflösung eines Eisenoxydsalzes oder die des Eisenchlorids, statt Aetzammoniak, durch ätzende oder kohlensaure fixe Alkalien zu zersetzen, da der Niederschlag Spuren von den Fällungsmitteln zurückhält, welche durch Auswaschen nicht entfernt werden können.

Bei Anwendung des Eisenchlorides zur Herstellung des dreifachen Hydrats löst man einen Theil durch Absieben von Schmutz gereinigten und von anderen Metallen freien Hammerschlag (Glühspan, Schmiedesinter), Eisenfeilspäne, alte Nägel oder sonstige reine Eisenabfälle in grossen gläsernen Kolben oder in irdenen Schüsseln in 4 Th. 17 bis 18 grädiger Salzsäure in der Wärme auf, filtrirt die Auflösung, setzt noch 2 Th. derselben Salzsäure und 1$\frac{1}{4}$ Th. Salpetersäure zu 27° hinzu. Hierauf wird so lange erhitzt, als noch gelbbraune Dämpfe aus dem Kolben emporsteigen; wenn dies aufhört, entfernt man denselben aus dem Sandbade, lässt etwas abkühlen und giesst die klare Flüssigkeit in ein Präcipitationsgefäss, in welchem sich wenigstens 10 Th. reines Wasser mehr befinden, als das Gewicht der angewandten Säuren betrug. Diese verdünnte Eisenchloridauflösung schlägt man durch Aetzammoniak - Auflösung nieder, und süsst den erhaltenen Präcipitat so lange mit Wasser aus, bis alle Salzantheile entfernt sind, worauf man denselben trocknet und in Glasflaschen aufbewahrt.

Zu 8 Pf. alten Nägeln und Schmiedeeisen wurden 48 Pfund Salzsäure von 18°, 10 Pf. Salpetersäure zu 27° und 88 Pf. Aetzammoniaksolution zu 14° B. (= 0,972 sp. G.) verbraucht, und an braunem Eisenoxydhydrat 15 Pf. erhalten.

Die Eisenoxydhydrate sind zu prüfen: auf Schwefelsäure, Salzsäure, Kohlensäure, Eisenoxydul, (Natron, Kali) Kalk, Kieselerde, Kupfer, Zink.

Rothes Eisenoxyd.

$Fe_2 O_3$.

(Adstringirender Eisensafran; Ferrum oxydatum rubrum, Crocus martis adstringens; Oxide de fer rouge, Peroxide de fer, Colcothar; Red oxide of iron, Peroxide of iron, Astringent saffron of mars.)

Das rothe Eisenoxyd kann man auf mehrerlei Weise erhalten: Durch Glühen von 2 Th. Eisenvitriol mit 1 Th. Kochsalz und Auswaschen des Rückstandes, um das gebildete Glaubersalz zu entfernen; durch Glühen von Eisenvitriol für sich selbst bis keine sauren Dämpfe mehr abgehen und Auskochen des Rückstandes mit einer Auflösung von kohlensaurem Natron; durch Glühen von Oxydhydrat in einem hessischen Tiegel u. dgl. m.

Um dasselbe aus einem Hydrate darzustellen, nimmt man am besten dazu das aus Vitriol mittelst Sodasalz erhaltene anderthalbfache, sogenannte kohlensaure Eisenoxyd, drückt davon in einen irdenen Schmelztiegel fest ein, erhitzt ihn zwischen Holzkohlen, erst gelinde, nach und nach stärker bis zum Glühen, erhält Rothglühhitze mindestens $\frac{1}{2}$ Stunde lang und lässt erkalten. Man erhielt von 8 Pf. des anderthalbfachen Hydrats zwischen $6\frac{5}{8}$ bis $6\frac{3}{4}$ Pf. Oxyd.

Ein sehr schönes Oxyd erhält man als zartes Pulver von brennender carminrother Farbe, wenn der durch Behandlung des

Digitized by Google

metallischen Eisens mit Wasser gewonnene und getrocknete Mohr im Schmelztiegel längere Zeit hindurch und nicht zu stark geglüht wird.

Das rothe Eisenoxyd ist geschmacklos; mit Wasser behandelt darf sich nichts davon auflösen. In Salzsäure löst es sich langsam aber vollständig und ohne Gasentwickelung mit goldgelber Farbe auf. Dasselbe ist auf die beim Hydrat angegebenen Verunreinigungen zu prüfen.

Schwefelsaures Eisenoxydul.

$Fe\,O,\,SO_3 + 7\,HO.$

(Eisenvitriol, Grüner Vitriol, Kupferwasser, Eisensalz; Ferrum [oxydulatum] sulphuricum, Vitriolum martis, Vitriolum viride, Sal martis; Protosulfate de fer, Couperose verte; Protosulphate of iron, Green vitriol, Copperas.)

Der gewöhnliche Eisenvitriol, welcher auf eigenen Hüttenwerken aus Grubenwassern u. dgl. m. gewonnen wird, ist nicht rein, sondern enthält Kupfer- und Zinkvitriol, Manganvitriol und auch, wiewohl seltener, Spuren von schwefelsaurem Kobalt- und Nickeloxyd; in chemischen Fabriken aber stellt man denselben nur rein dar, in geringer Menge als Nebenprodukt bei der Entwickelung des Schwefelwasserstoffgases aus Schwefeleisen, im Grossen durch direkte Behandlung des metallischen Eisens mit verdünnter Schwefelsäure.

Ein ovales etwa 8′ langes, 6′ weites und $4\frac{1}{2}$ bis 5′ hohes, oder auch ein vicreckiges, mit Blei ausgelegtes hölzernes Gefäss von ähnlichem Kubikinhalt, welches auf einer starken hölzernen, steinernen oder gemauerten etwa 3 bis 4′ hohen Unterlage feststeht, wird durch ein bleiernes Rohr mit einem in der Nähe befindlichen Dampfkessel verbunden. Dasselbe läuft auf einer 3 bis 4″ hohen verbleieten hölzernen Unterlage in schlangenförmigen Windungen der Länge nach durch das Gefäss, tritt dann zur

Aussen, um dem überflüssigen oder bereits zu Wasser verdichteten Dampf einen Ausweg zu verschaffen. An dem Gefässe sind zwei bleierne Hähne angebracht, der eine etwa 6″ über dem Boden zum Ablassen der klaren Lauge, der andere dicht über demselben, um nöthigenfalls Schlamm u. dgl. fortzuschaffen und auch das Gefäss reinigen zu können.

Man bedecke den Boden des Gefässes 9 bis 10″ hoch mit eisernen Bohr- oder Drehspänen, mit gebrauchtem Pfannenblech, alten Nägeln u. dgl. m., und lasse dann so viel eines Gemisches von 1 Th. Kammersäure zu 49 bis 50° B. und 3 Th. Wasser auf das Eisen laufen, bis das Gefäss etwa zu $\frac{2}{3}$ angefüllt ist, worauf der ventilirte Hahn des Dampfrohrs $\frac{1}{8}$ bis $\frac{3}{16}$ geöffnet wird und man 2 bis 3 Stunden Dampf durchlässt. — Wenn das Gefäss nicht unter einem offenen Schuppen, sondern in einem ringsum eingeschlossenen Gebäude aufgestellt werden soll, dann ist es sehr nöthig, über demselben einen Brodenfang anzubringen, um das Wasserstoffgas nach Oben abzuleiten. — Nachdem der Dampf wieder abgesperrt ist, setzt man noch so viel von der verdünnten Kammersäure hinzu, bis das Gefäss zu $\frac{3}{4}$ angefüllt ist und lässt dann 10 bis 12 Stunden stehen; nun gibt man zuerst $\frac{1}{4}$, steigert nach und nach bis zum vollen Dampf und unterhält denselben so lange, als noch Gasentwickelung bemerkt werden kann; sobald dieselbe aufgehört hat, nimmt man einen bleiernen Cylinder voll Lauge heraus, lässt erkalten und prüft sie auf ihre Stärke. Zeigt sie weniger als 36°, dann hat man das Durchleiten von Dampf noch so lange fortzusetzen bis sie 37° oder mindestens die angegebene Grädigkeit erhalten hat. Jetzt schliesst man den Dampf ab, verschliesst das Gefäss mit einem Deckel und lässt mehrere Stunden ruhig stehen, worauf die klare Lauge durch den oberen Hahn in 5 bis 6′ lange, $3\frac{1}{2}$ bis 4′ weite und 12 bis 15″ hohe mit Blei ausgelegte hölzerne Kasten, in deren jeden man vorher 1 bis $1\frac{1}{4}$ Pf. 50 grädige Kammersäure gegeben hatte, zur Krystallisation abgelassen. Zur Erleichterung des Anschiessens wird reines Reissholz oder Nadelholz in dünnen Stäben hineingelegt. Dem im Auflösungsgefässe unaufgelöst zurückgebliebenen Eisen trägt man eine neue Portion Eisen hinzu, füllt wieder zu $\frac{2}{3}$ mit verdünnter Schwefelsäure an und verfährt wie Oben. Wenn die Lauge nach einigen Tagen gehörig auskrystallisirt ist, zieht man sie von den

Digitized by Google

Anschüssen ab und verdunstet sie in grossen bleiernen Pfannen bis zum Krystallisationspunkte, worauf sie in die leeren Wachsgefässe zurückgegeben wird.

In der Zwischenzeit wird das Salz aus den Krystallisiergefässen genommen, auf grosse aus Nadelholz gefertigte Trichter gegeben und mit etwas Wasser besprengt, um die anhängende saure Lauge vollkommen zu entfernen, dann in langen Kasten, gleichfalls aus Nadelholz gefertigt, ausgebreitet und einen Tag an der Luft, im Schatten getrocknet, während welcher Zeit dasselbe öfters mit hölzernen Schaufeln umgewandt wird; dann verpackt man es in Fässer.

Wenn sich auf dem Boden des Auflösungsgefässes eine beträchtliche Menge Schlamm gesammelt hat und noch unaufgelöstes Eisen sich zwischen demselben befindet, dann ist es räthlich, verdünnte Kammersäure hineinzugiessen und das Auflösen des Metalls mittelst hindurchgeleiteten Dampfs zu unterstützen; sobald dasselbe aufgelöst worden, sperrt man den Dampf ab, füllt das Gefäss zur Hälfte mit Wasser an, rührt gut durch und lässt abklären. Die klare Lauge zieht man ab, füllt das Gefäss abermals gut $\frac{1}{4}$ mit Wasser an, rührt gut um und lässt die trübe Flüssigkeit durch den unteren Hahn in einen oder mehrere Bottiche zum Absetzen laufen. Das hier geklärte Waschwasser wird mit dem ersten stärkeren in das Auflösungsgefäss zurückgegeben und, mit 50grädiger Kammersäure vermischt, zu neuen Ansätzen benutzt; den abgesetzten schlammigen Rückstand wirft man fort.

Aus 1,000 Pfund Dreh- und Bohrspänen und alten Eisenabfällen und 2,200 Pfund Kammersäure zu 50° B. wurden zwischen 4,200 bis 4,250 Pf., im Durchschnitt 4,225 Pfund grüner Vitriol erhalten.

Der Eisenvitriol schiesst in bläulichgrünen, durchsichtigen, rhomboidalen Krystallen an, ist geruchlos, schmeckt zusammenziehend, tintenartig, löst sich in nicht ganz 2 Th. Wasser von 15° C. und erfordert von kochendem Wasser bei Weitem weniger. Die Krystalle überziehen sich an der Luft mit einem weissen Pulver (verwittern), welches nach und nach gelb wird, mehr Sauerstoff aus derselben aufnehmend und $\frac{2}{3}$ schwefelsaures

Eisenoxydsalz, Kupfer, Zink, Thonerde, Kalk, Magnesia.

Schwefelsaures Eisenoxyd.

$$Fe_2O_3 + 3SO_3 + 9HO.$$

(Ferrum [oxydatum] sulphuricum; Persulfate de fer; Sulphate of peroxide of iron, Persulphate of iron.)

In zwei grosse Glaskolben, deren Hälse kurz abgesprengt worden, bringe man, in einen jeden 12 Pf. reinen Eisenvitriol, 6 Quart reines Wasser, 2½ Pf. Schwefelsäure von 66° B. und 3 Pf. gewöhnliches Scheidewasser von 25° B., setze dieselben ins Sandbad und erhitze so lange, als ein aus jedem Kolben herausgenommener Tropfen mit Kalium-Eisencyanid-Solution in Berührung gebracht, nicht mehr blau, sondern bräunlich gefärbt wird. Jetzt schütte man die Auflösung aus beiden Kolben in eine grosse porcellanene oder irdene Schaale und erhitze im Sandbade bis zur gänzlichen Vertreibung der anhängenden Salpetersäure, was durch die Probe mit Indigoauflösung leicht erkannt wird; sodann verdünne man die Eisensolution mit soviel Wasser, dass das Gewicht 48 Pf. beträgt und bewahre sie an einem vom Tageslichte nicht beschienenen Orte auf.

Wenn das Salz in trockner Form verlangt wird, ist die Solution, vor ihrem Verdünnen mit Wasser, unter fortwährendem Umrühren mit einem porcellanenen Spatel im Sandbade so weit einzudampfen bis die Masse zähe, und beim Erkalten brüchig erscheint, worauf sie in einem trocknen Mörser zerrieben und in tarirten, wohl verschlossenen Gläsern an einem dunklen Platze aufbewahrt wird.

Die auf obige Weise erhaltene Eisensolution ist bräunlichgelb gefärbt, von dünner Syrupsconsistenz und zeigt ein spec. Gew. = 1,400. —

Digitized by Google

Das trockne Salz stellt ein harzartiges, blassgrünlichgelbes Pulver dar, welches ohne Geruch ist, aber, wie die Solution, einen sehr herben Geschmack besitzt, an der Luft zerfliesst und in Wasser und Alkohol in allen Verhältnissen sich auflösen muss; in der Rothglühhitze entbindet es nach und nach alle Schwefelsäure und hinterlässt einen Colcothar von schön karmosinrother Farbe. Das schwefelsaure Eisenoxyd ist zu prüfen: auf Salpetersäure, Eisenoxydulsalz, Kupfer, Zink.

Ein schwefelsaures Eisenoxyd in trocknem Zustande, für den technischen Gebrauch, als: zur Bereitung des holzessigsauren Eisenoxyds, zu Eisenalaun u. dgl. m. wird erhalten, wenn man 2 Th. Eisenoxyd, Colcothar, oder feingemahlenen Blutstein mit 3 Th. 66grädiger Schwefelsäure in einem gusseisernen Kessel bei mässiger Wärme behandelt (— für jeden Kesselansatz 50 Pf. Oxyd und 75 Pf. Säure —), unter Umrühren so weit eindampft bis die Masse zähe erscheint und eine aus dem Kessel genommene Probe beim Erkalten sich brechen lässt, worauf sie auf eine trockene Eisenplatte oder in einen trockenen eisernen Kessel gegeben, nach dem Erkalten mit dem Hammer in kleine Stücke zerschlagen und in Steintöpfen mit engen Mündungen zum Gebrauch aufbewahrt wird. Von 50 Pf. Colcothar wurden zwischen 95 bis 105 Pf. trocknes schwefelsaures Eisenoxyd erhalten.

Oder besser: es werden 200 Pf. Eisenvitriol in einem gusseisernen Kessel mit 50 Quart Wasser übergossen und darauf, unter stetem Umrühren, 40 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. hinzugefügt; sodann erhitzt man zum Sieden, gibt die Auflösung so heiss als möglich in einen grossen Steintopf oder in einen starken Bottich, setzt nach und nach $35\frac{1}{2}$ Pf. Salpetersäure zu 36 ° B. in kleinen Portionen hinzu und lässt bis zum nächsten Tage stehen, während welcher Zeit man öfters mit einem aus Nadelholz gefertigten Spatel umrührt. Die bräunlich gefärbte Flüssigkeit wird im eisernen Kessel langsam eingekocht; wenn sie die Consistenz eines sehr dünnen Syrups erlangt hat, unterhält man ein nur schwaches Feuer, rührt beständig um, dampft so weit ab, bis die Masse zähe wird und verfährt damit, wie oben angegeben wurde. Von 200 Pf. Eisenvitriol erhielt man zwischen 120 bis 126 Pf. trocknes schwefelsaures Eisenoxyd.

Digitized by Google

$Fe_2 O_3, NO_5 + x HO.$

(Ferrum [oxydatum] nitricum; Nitrate de fer, Pernitrate de fer; Nitrate of peroxyde of iron.)

Das im Nachstehenden beschriebene Präparat ist nicht das wahre salpetersaure Eisenoxyd, und theile ich die Bereitungsart desselben lediglich nur deshalb mit, weil die betreffende Auflösung sehr oft von Färbern verlangt wurde.

Zehn Pfund gewöhnlicher Eisenvitriol werden in einen kurz abgesprengten grossen Glaskolben gegeben, mit 12 Pf. erwärmtem weichem Wasser übergossen und der Kolben in's Sandbad gestellt. Sobald der Vitriol zergangen, wird der Kolben aus dem Sandbade entfernt und gut umgeschwenkt, um die Auflösung richtig zu mischen, worauf man nach und nach unter öfterem Umschütteln 10 Pf. gewöhnliche in Cylindern destillirte Salpetersäure zu 36° B. (= 1,33 sp. G.) hinzufügt. Man setzt den Kolben auf eine mässig warme Stelle in's Sandbad zurück und fügt nun nach und nach in sehr kleinen Portionen 2 Pfund Eisenfeile hinzu.

Man hat darauf zu achten, dass keine starke Erhitzung stattfinde, und dass nicht zu viel Eisenfeile auf einmal zugesetzt werde, weil im entgegengesetzten Falle ein gallertartiges Mangan von basischem Salze entsteht, welche allerdings in einer grossen Menge hinzugesetzten Wassers sich wieder auflösen würde; allein es würde hiedurch die Flüssigkeit mehr verdünnt werden, als die gegebene Vorschrift es zulässt, und zugleich ein Verlust am Gehalte des Eisens stattfinden.

Sobald sämmtliche, nach und nach hinzugesetzte Eisenfeile aufgelöst ist, entfernt man den Kolben aus dem Sandbade, lässt erkalten und absetzen, giesst dann die Lauge klar ab und seihet den letzten, etwas trüben Antheil derselben durch ein nicht zu dichtes leinenes Tuch. Sämmtliche klare Lauge wird mit reinem Wasser zu 45° nach Beck's Aräometer (= 38,5° bis 39° B. oder 1,360 sp. G.) gemischt. Man erhielt 40 Pf. einer klaren dunkelbraungefärbten Flüssigkeit von vorstehend angegebener Stärke.

Digitized by Google

Phosphorsaures Eisenoxyd.

$Fe_2 O_3, PO_5 + 8 HO.$

(Ferrum [oxydatum] phosphoricum; Perphosphate ou Deutophosphate de fer; Perphosphate of iron, Phosphate of peroxide of iron.)

12 Pf. reiner Eisenvitriol werden in einem grossen Kolben mit kurz abgesprengtem Halse, mit 6 Quart reinen Wassers übergossen, dann $2\frac{1}{4}$ Pf. 66grädige Schwefelsäure und 3 Pf. gewöhnliche Salpetersäure von 25° hinzugefügt; sodann setze man den Kolben in's Sandbad und erhitze so lange bis das Oxydulsalz vollkommen oxydirt ist, was durch die beim »schwefelsauren Eisenoxyd« angegebene Prüfungsmethode erkannt wird. Man entferne den Kolben aus dem Sandbade, lasse erkalten, fülle denselben etwa zu $\frac{3}{4}$ mit reinem Wasser an, schüttle um, filtrire wenn nöthig, giesse die klare Flüssigkeit in einen 10 bis 12 Eimer Wasser fassenden aus Nadelholz gefertigten Bottich, giesse dann so viel destillirtes Wasser hinzu, dass derselbe zu $\frac{3}{4}$ angefüllt wird und setze so lange eine Auflösung von krystallisirtem phosphorsaurem Natron hinzu, als noch Niederschlag erzeugt wird. Nachdem derselbe sich gesetzt hat, ziehe man die klare Flüssigkeit ab, bringe den ersteren auf einen leinenen Spitzbeutel, um die erste starke Glaubersalzauflösung zu entfernen', gebe ihn in den Bottich zurück und süsse so lange mit reinem Wasser aus, bis das Waschwasser durch Barytsolution nicht mehr getrübt wird, worauf man den in gelinder Wärme getrockneten Niederschlag in Glasflaschen aufbewahrt.

Zur Zersetzung der aus 12 Pf. Vitriol und den angewandten Säuremengen erhaltenen schwefelsauren Oxydsolution wurden $8\frac{5}{8}$ Pf. phosphorsaures Natron erfordert und $8\frac{1}{8}$ Pf. phosphorsaures Eisenoxyd erhalten.

Phosphorsaures Eisenoxyd auf die angegebene Weise bereitet, ist ein basisches Salz, erscheint als weisses Pulver mit einem Stich in's Gelbe, hat weder Geruch noch Geschmack, ist im Wasser völlig unauflöslich, löst sich leicht in Salzsäure, verliert durch Glühen sein Wasser, wodurch es braun wird; es wird durch Kohle zu Phosphoreisen reducirt, wobei es schmilzt. Dasselbe ist auf Oxydulsalz, Kupfer, Zink u. s. w. zu untersuchen.

Essigsaures Eisenoxydul.

Fe O, A + x HO.

(Holzessigsaures Eisenoxydul, Eisenbeitze, Schwarzbeitze, Eisenbrühe; Ferrum [oxydulatum] aceticum; Proto-acétate de fer liquide, Pyrolignite de fer liquide, Tonne au noir, Bouillon noir; Protoacetate of iron, Iron liquor.)

100 Pf. roher Holzessig wurden nebst einigen Pfunden gemahlener englischer Kreide in einen eisernen Kessel gegeben und schwach erwärmt; das Auflösen der Kreide unterstützte man durch Umrühren. Nach dem Auflösen derselben setzte man so lange mehr Kreide in kleinen Portionen hinzu, als noch Aufbrausen erfolgte. Die erhaltene Auflösung gab man in einen kleinen Bottich, in demselben Kessel aber wurden 36 Pf. Eisenvitriol in 36 Quart heissen Wassers aufgelöst und diese Auflösung setzte man der im Bottich befindlichen essigsauren Kalklauge unter Umrühren hinzu. Man liess das Gemenge bis zum nächsten Tage stehen, worauf die Lauge von dem gebildeten Gypsniederschlage durch einen Spitzbeutel getrennt wurde. Diese Lauge zeigte 13° Beaumé; da die Färber dieselbe indess zu 8° Beck und säuerlich verlangten, setze man noch $2\frac{1}{2}$ Quart abgeklärten rohen Holzessig hinzu und vermischte mit so viel Wasser um die vorgeschriebene Stärke zu erreichen.

Von 105 Pf. Holzessig, $13\frac{1}{8}$ Pf. gemahlener Kreide und $36\frac{1}{4}$ Pf. Eisenvitriol erhielt man 304 Pfund Eisenbrühe oder holzessigsaure Eisenauflösung zu 8° Beck (= 1.0494 sp. Gew. oder $6\frac{3}{4}$° Beaumé) von schmutziggrüner Farbe.

Es wurde diese Auflösung einigemal durch das Behandeln von Bohr- und Drehspänen mit rohem sowohl als mit destillirtem Holzessig, auch mit Schnellessig bereitet; da dies Verfahren aber zu viel Zeit wegnimmt — ausgenommen man hat stets Ansätze davon stehen, wobei sich jedoch zugleich mehr oder weniger Oxyd bildet — so wurde die erste Methode für die Folge beibehalten, und hat man es in seiner Gewalt, eine stärkere oder schwächere Solution von 18° Beaumé bis abwärts herzustellen.

Digitized by Google

Essigsaures Eisenoxyd.

$$Fe_2\ O_3,\ \overline{A} + x\,HO.$$

(Ferrum [oxydatum] aceticum liquidum, Liquor ferri acetici oxydati; Peracétate de fer liquid; Liquid peracetate of iron.)

Man erhält das Essigsaure Eisenoxyd durch Auflösen von frisch gefälltem Oxydhydrate — nachdem dasselbe etwas ausgepresst worden — in concentrirter Essigsäure. Für technische Zwecke lässt sich die Verbindung auch aus schwefelsaurem Eisenoxyd und Bleizucker, oder aus dem schwefelsauren Oxyde und essigsaurem Kalk darstellen.

In dem ersten der beiden letzten Fälle löst man 100 Pfund trocknes schwefelsaures Eisenoxyd in einem etwa 24 Eimer Wasser fassenden Bottich in 3¼ bis 4 Eimer Wasser auf und setzt darauf, unter stetem Umrühren, eine in einem kupfernen oder bleiernen Kessel gemachte heisse Auflösung von 287 Pf. Bleizucker in 16 Eimern Wasser hinzu; nach dem Erkalten zieht man die klare Lauge von dem schwefelsauren Bleioxyd ab, bringt dasselbe auf einen Spitzbeutel und wäscht mit wenig Wasser aus.

Im anderen Falle löst man 100 Pf. trocknes schwefelsaures Eisenoxyd in 3½ bis 4 Eimer Wasser in dem Bottich auf und setzt eine zu 22 bis 24° B. abgedampfte Auflösung des essigsauren Kalks unter Umrühren hinzu, zu deren Bereitung man 78 Pfund feingemahlene englische Kreide in Arbeit genommen hatte, um damit die erforderliche Menge Schnell- oder Holzessig in gelinder Wärme zu neutralisiren. Die klare Lauge wird abgezogen, der Gyps auf Spitzbeuteln gesammelt und mit so wenig als möglich Wasser gewaschen, um nicht Gyps wieder aufzulösen, doch genug, um das anhängende essigsaure Eisenoxyd zu erhalten, was durch Rütteln und Schütteln der Beutel besser bewirkt wird.

Sind die Laugen, den Aufträgen zufolge, zu stark, dann werden sie mit Wasser zu der gewünschten Grädigkeit verdünnt; sind sie zu schwach, dann dampft man sie in einer bleiernen Pfanne langsam ein.

Um das essigsaure Eisenoxyd vollkommen rein zu erhalten, wird das dreifache oder braune Oxydhydrat, welches man durch Zersetzung einer schwefelsauren Eisenoxyd- oder einer Eisenchlorid-

kommen ausgesüsst ist, auf einem leinenen Tuche oder Spitzbeutel gesammelt, gepresst und so weit ausgetrocknet, dass dasselbe eine bröckliche, zwar noch feuchte, aber Druckpapier nicht mehr nässende Masse bildet. Das aus 12 Pf. Eisenvitriol — durch Salpetersäure in Oxydsalz verwandelt — erhaltene Oxydhydrat wird in diesem Zustande zwischen $12\frac{1}{2}$ bis 15 Pf. an Gewicht betragen.

Man gebe den Niederschlag in einen grossen porcellanenen Mörser oder, in Ermangelung eines solchen, in eine grosse und dabei tiefe porcellanene oder irdene Schaale mit rundem Boden, reibe ihn mit einem porcellanenen Pistill mit 6 Pfund Essigsäure von 1,045 sp. G. zu einer homogenen Masse an und gebe dieselbe in eine Flasche mit Glasstöpsel. Dieses Gemisch lässt man sodann, unter öfterem Umschütteln, einige Tage hindurch in einem gelinde erwärmten Zimmer stehen und fügt, falls alles Oxyd noch nicht aufgelöst sein sollte, in kleinen Portionen Essigsäure von derselben Dichtigkeit hinzu, wozu 1 Pf., höchstens $1\frac{1}{2}$ Pf. erforderlich sein wird. Die Solution wird nun mit so viel destillirtem Wasser verdünnt, dass ihr Gewicht 27 Pf. beträgt, worauf man dieselbe einige Tage zur Seite stellt, damit etwaige Unreinigkeiten sich absetzen, filtrirt sodann und bewahrt sie in mit Glasstöpseln verschlossenen Flaschen auf.

Diese essigsaure Eisenoxydsolution dient zur Anfertigung jenes pharmaceutischen Präparats, welches unter dem Namen »Tinctura ferri acetici aetherea Klaprothii« allgemein bekannt ist und erhalten wird, durch Vermischen von 9 Theilen dieser Solution mit 2 Theilen Alkohol von 80% und 1 Th. Essigäther.

Das so bereitete essigsaure Eisenoxyd ist eine klare dunkelrothbraune Flüssigkeit, von saurem Geruch und säuerlich zusammenziehendem Geschmack, hat ein spec. G. von 1,130 bis 1,135 und enthält $12\frac{1}{2}$ % Eisenoxyd oder $8\frac{1}{3}$ % Metall; es ist nicht krystallisirbar, zersetzt sich beim Erhitzen, es entweicht Essigsäure, unter Hinterlassung einer basischen Verbindung in Form einer Gallerte, und stärker erhitzt bleibt Eisenoxydhydrat zurück. Diese Eisenauflösung ist auf Kupfer zu untersuchen.

Digitized by Google

Weinsteinsaures Eisenoxyduloxyd-Kali.

$$KO, \overline{T} + x\,Fe\,O\,\overline{T} + x\,Fe_2\,O_3\,\overline{T}.$$

(Weinsteinsaures Eisenoxydkali, Eisenweinstein, Eisen- oder Stahlkugeln, Auflösliches Eisen; Kalium oxydatum tartaricum ferratum, Kali tartaricum ferratum, Tartarus ferratus, seu martiatus, seu chalybeatus, Mars solubilis, Globuli tartari ferrati seu martiati, Globuli martiales; Tartrate ou pertartrate de fer et de potasse, Boules de Nancy; Tartrate of iron and potassa, Tartarized iron.)

In einen abgenutzten, wo möglich flachen, gusseisernen Kessel gebe man 30 Pf. rohen (oder gereinigten) gepulverten Weinstein und 5 Pf. reine, möglichst feinzertheilte Eisenfeile oder statt dieser 6¼ Pf. abgesiebten, schmutz-, kupfer- und messingfreien, feingestossenen Hammerschlag, rühre diese Pulver mittelst eines aus Pappel-, Buchen- oder Nadel-, nicht aus Eichenholz gefertigten Spatels mit Wasser zu einem Brei an und stelle das Gefäss auf drei bis sechs untergelegte Backsteine auf einen mässig warmen (den hintersten) Platz des Wärmekanals (langes Sandbad). Man lässt den Kessel für einige Zeit daselbst stehen, rührt die Masse fleissig um und ersetzt das verdunstete Wasser durch frisch hinzugesetztes, so oft der Brei steif geworden ist. Nach und nach erhält die Masse eine dunkele Farbe und wird auf der Oberfläche schwarz; so lange dieselbe nach unten zu, beim Durcharbeiten mit dem Spatel, noch eine graue Farbe zeigt, hat man noch zu digeriren, bis der Brei durch und durch und gleichmässig schwarz gefärbt erscheint. Jetzt setze man den Kessel über gelindes Kohlenfeuer, dunste die Masse, unter ununterbrochenem Umrühren, je nach Bedarf, zur Trockne oder nur so weit ab, um Kugeln daraus formen zu können, welche gewöhnlich 1 bis 1¼ Unzen schwer gemacht werden und die man, wie auch das Uebrige der Masse, auf mit Papier belegten Horden in der Trockenkammer bei gelinder Wärme nach und nach vollständig austrocknet. Die bröckliche Masse wird sodann zu Pulver gestossen und, wie auch die trocknen Kugeln, in verschlossenen Glasflaschen aufbewahrt.

Aus 30 Pf. Weinstein und 5 Pf. Eisenfeile (oder 6¼ Pf. Hammerschlag) erhielt man zwischen 33¾ bis 34¾ Pf., im Mittel aus verschiedenen während mehrerer Tage durchgeführten Operationen 34¼ Pf. Eisenweinstein.

schwarz, der Geschmack ist mild-süsslich zusammenziehend. Sie lösen sich in Wasser etwa nur zu $\frac{2}{3}$ ihres Gewichts auf, das andere Drittel aber, neben etwas beigemengtem metallischem Eisen und Eisenoxyduloxyd, aus weinsaurem Eisenoxyduloxyd-Kali bestehend, ist in verdünnter Salzsäure mit dunkelgelber Farbe leicht auflöslich. Eine geringe Menge metallischen Eisens dürfte in den Stahlkugeln zu entschuldigen sein, so auch ein kleiner Antheil Kalk, welcher durch den Weinstein und vielleicht auch durch das während der Arbeit verbrauchte Wasser hineingekommen, allein dieselben müssen sich, durch die darauf angestellte Prüfung, durchaus frei von Kupfer zeigen.

Kobaltoxyd.

$Co_2\ O_3$

(Kobaltsuperoxyd; Cobaltum oxydatum, seu hyperoxydatum; Oxide de Cobalt anhydre pour les arts, Deutoxyde de cobalt; Oxide or Deutoxide of Cobalt.)

Zur Darstellung des Kobaltoxydes wendet man Glanz- oder Speiskobalt an. Das gepulverte Erz wird zuerst geröstet, um Arsenik und Schwefel auszutreiben und das Metall möglichst vollständig zu oxydiren, dann in einer Retorte in Salpetersäure im Kochen aufgelöst, die Auflösung zur Entfernung der überschüssigen Säure beinahe zur Trockne abgedampft, die Masse wieder in Wasser aufgelöst, filtrirt und durch die schwach sauer reagirende Flüssigkeit Schwefelwasserstoff geleitet, um Kupfer und Arsenik niederzuschlagen. Man filtrirt und erhitzt die Solution zum Sieden, um den überschüssigen Schwefelwasserstoff zu entfernen, schlägt mit kohlensaurem Natron Eisen-, Kobalt- und Nickeloxyd nieder, und nachdem dieses Oxydgemisch gut ausgesüsst worden, digerirt man dasselbe mit aufgelöster Oxalsäure, in welcher sich das gebildete oxalsaure Eisenoxyd auflöst, die Oxalate des Kobalts und Nickels aber, in freier Oxalsäure unlöslich, zurückbleiben. Die saure Eisen-

Digitized by Google

auflösung giesst man ab, wäscht die rückständigen Kobalt- und Nickel-Oxalate vollkommen mit reinem Wasser aus, löst sie in Aetzammoniaksolution auf, filtrirt, setzt der Auflösung etwa den sechsten Theil ihres Gewichts Wasser hinzu und lässt dieselbe an der Luft stehen. Das freie Ammoniak entweicht, oxalsaures Nickeloxyd-Ammoniak fällt nieder und oxalsaures Kobaltoxyd-Ammoniak bleibt in der Auflösung zurück, mit Ausnahme eines sehr geringen Antheils, welcher gleichzeitig mit der Nickelverbindung niederfiel. Die Auflösung wird vom Nickelpräcipitate abfiltrirt, zur Tróckne eingedampft und dann beim Zutritt der Luft in einem Schmelztiegel geglüht, wodurch man reines Kobaltoxyd erhält.

Ich habe nach der vorstehenden Methode zum Oeftern das Oxyd aus Harzer, Thüringer und anderen Kobaltverbindungen abgeschieden und in Bezug auf seine Reinheit stets einen Artikel erhalten, welcher nichts zu wünschen übrig liess.

Nach einer anderen Methode soll man die gerösteten Erze mit saurem schwefelsaurem Kali glühen, die Masse mit Wasser auskochen, die rothe Auflösung durch kohlensaures Kali zersetzen, den Niederschlag in oxalsaures Salz verwandeln und dieses bei Luftzutritt glühen.

Die ordinairen Kupfervitriole des Handels enthalten, neben schwefelsauren Zink-, Eisen- und Manganansalzen, häufig auch geringe Mengen von schwefelsaurem Kobalt- und Nickeloxyd, und öfters sind dieselben so reich an den beiden letztgenannten Salzen, dass es der Mühe lohnt, vorzüglich in Ansehung des Kobaltsalzes, dessen Oxyd abzuscheiden. Zu dieser Art von Vitriolen gehört der »Mannsfelder schwarze Vitriol«, gewonnen als Nebenprodukt bei Darstellung des Kupfervitriols, welchen ich Gelegenheit hatte, für den betreffenden Zweck zu verarbeiten; und hier in Amerika wurde mir ein sehr heller Kupfervitriol zur Untersuchung übergeben, welcher, neben 19,5 % Eisenvitriol, über 3 % schwefelsaures Kobaltoxyd, aber nur sehr wenig Nickelsalz enthielt, und angeblich aus der Nachbarschaft des »Oberen See's — *Lake Superior* - « herstammen sollte.

Die Abscheidung des Kobalt- (und Nickel-) Oxydes aus dem Mannsfelder schwarzen Vitriol anlangend, so wird derselbe in grossen aus Nadelholz gefertigten Bottichen in der kleinsten Menge heissen Wassers aufgelöst, um concentrirte Auflösungen zu erhalten.

Nach völligem Erkalten derselben setzt man nach und nach, unter jedesmaligem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, so lange feuchtes Magnesiahydrat hinzu — wobei jede Anwendung von Wärme vermieden werden muss — bis sämmtliches Eisen- und Kupferoxyd gefällt ist. Wenn während einiger Tage ruhigen Stehens der Präcipitat sich gehörig gesetzt hat, zieht man die jetzt röthlich gefärbten Laugen klar ab, süsst die gefällten Oxyde mit so wenig Wasser als möglich aus und gibt die Waschwasser den stärkeren Laugen bei.

Das ausgewaschene Eisen- und Kupferoxyd wird so lange in der Kälte mit Schwefelsäure behandelt, als sich noch etwas auflöst, die Lauge durch Spitzbeutel filtrirt, der Rückstand ausgewaschen, die ersten Waschwasser gibt man der Kupferauflösung bei, die letzten, sehr schwachen aber giesst man fort. Das auf den Spitzbeuteln zurückbleibende Eisenoxydhydrat wird getrocknet und gibt, im Ofen schwach geglüht, ein schönes feuriges Roth für technische Zwecke. Die vom Eisenoxyde abfiltrirte Lauge verdunstet man in einer bleiernen Pfanne zur Krystallisation und wiederholt das, so lange der erhaltene Kupfervitriol noch tadellos ist; sobald derselbe aber, durch die damit angestellte Prüfung, Eisengehalt anzeigt, werden die Krystallisationen zurückgestellt und später durch Umkrystallisiren gereinigt. Die allerletzten Mutterlaugen setzt man den durch Auflösen frischer Quantitäten schwarzen Vitriols erhaltenen Laugen hinzu, um sie mit aufzuarbeiten; oder, wenn sie sich, wie meistens, ganz frei von Kobaltsalz zeigen, schlägt man das Kupferoxyd durch Eisen metallisch nieder und verwerthet die schwefelsaure Eisenauflösung für andere Zwecke, zur Bereitung von holzessigsaurem Eisenoxyd u. dgl. m.

Die vom Kupfer und Eisen befreite Lauge wird in einem bleiernen Kessel oder in einer desgleichen Pfanne, oder auch in einem kupfernen Kessel bis zum Sieden erhitzt und nach und nach unter Umrühren so lange zum dünnen Brei angerührtes feuchtes Magnesiahydrat hinzugefügt, bis alles Kobalt- und Nickeloxyd (auch Zink und etwas Mangan) gefällt ist. Jetzt entfernt man das Feuer, bringt das trübe Gemisch in einen Bottich und spühlt den Kessel mit Wasser nach. Nach dem völligen Abklären wird die gebildete Bittersalzlauge in einen nebenbeistehenden leeren Bottich gegeben und der Niederschlag so weit abgesüsst, bis die Lauge noch 5 bis 6° B. zeigt; die folgenden schwächeren Waschwasser

Digitized by Google

werden aufbewahrt und zum Auflösen frischer Mengen schwarzen Vitriols verwendet. Die stärkeren Bittersalzlaugen werden in einer eisernen Pfanne für Gewinnung des genannten Salzes abgedampft; sollten sie noch Spuren eines oder des anderen Metalls enthalten, dann rührt man in die abdampfende Flüssigkeit eine geringe Menge Schwefelcalcium-Auflösung, um die betreffenden Salze zu zersetzen und als Schwefelmetalle zu fällen.

Der rein ausgewaschene Niederschlag, aus den Hydraten des Kobalt- und Nickeloxydes (möglicherweise etwas Zink- und Manganoxydhydrat enthaltend) bestehend, wird in verdünnter Schwefelsäure aufgelöst, eben genug, als zur Auflösung erfordert wird, filtrirt und der Rückstand rein ausgewaschen. Die erhaltene Auflösung dampft man in irdenen Schüsseln im Sandbade ab, wobei sich noch Gyps, Eisen- und Manganoxyd abscheidet. Dieser Bodensatz wird durch Filtration geschieden und die filtrirte Flüssigkeit so lange mit Aetzkalilauge versetzt, bis alles Kobalt- und Nickel-Oxyd gefällt ist; die bei der Präcipitation erhaltene Salzlauge gibt man in das Lokal für Bereitung des schwefelsauren Kalis ab.

Der gut ausgesüsste Niederschlag wird mit Wasser angerührt und in den Brei Chlorgas geleitet, wodurch das Kobalt in Superoxyd und das Nickel zum grössten Theile in Chlorid übergeführt wird. Man verdünnt mit etwas Wasser, giesst die geklärte Flüssigkeit ab, wäscht das Kobalthyperoxyd rein aus, trocknet und erhitzt dasselbe mässig, nicht bis zum Glühen, in einem Tiegel; wenn richtig bei seiner Abscheidung verfahren, gibt es einen vorzüglichen Artikel für den technischen Gebrauch, nur Spuren von Nickel und Mangan enthaltend.

Die nach Abscheidung des Kobaltsuperoxydes zurückgebliebene Flüssigkeit enthält Nickelchlorid, nebst sehr geringen Mengen der Chloride des Zinks, Eisens und des Mangans, dann und wann auch Spuren von Kobaltchlorid; dieselbe wird mit feuchtem Magnesiahydrat gefällt und der erhaltene Niederschlag gut ausgesüsst. Man löst denselben in der erforderlichen Menge mässig verdünnter Schwefelsäure zur Neutralisation auf, filtrirt, wäscht den hinterbliebenen Rückstand mit Wasser aus und wirft letztern dann fort. Der grünlichen Auflösung setzt man so viel einer saturirten Auflösung des schwefelsauren Kalis hinzu, als erforderlich ist, ein schwefelsaures Nickeloxyd-Kali zu bilden, wobei sich aber gleich-

zeitig auch, aus der mit vorhandenen geringen Menge Zinksulphats, ein Doppelsalz des letzteren mit Kali erzeugt. Diese Auflösung wird abgedampft und zur Krystallisation bei Seite gestellt; die übrig bleibende röthlich gefärbte Mutterlauge, welche auch Kobaltsalz enthält, hebt man auf, um sie später neuen Rohlaugen zuzusetzen.

Soll das Nickeloxyd an Argentan-Fabriken verkauft werden, so wird es aus dem Doppelsalze einfach durch kohlensaures Natron gefällt; will man aber reines Oxyd daraus bereiten, so hat man die Auflösung des Doppelsalzes mit Essig zu versetzen oder mit etwas Essigsäure anzusäuern und das Zinkoxyd durch Schwefelwasserstoffgas abscheiden, dann den überschüssigen Schwefelwasserstoff in der Wärme auszutreiben und nun erst das Nickeloxyd durch kohlensaures Natron zu fällen.

Um aus dem, nach Behandlung der gemischten Oxyde mit Chlor erzeugten Kobaltsuperoxyd, welches etwas Nickel- und Manganhyperoxyd enthält, das Kobaltoxyd rein zu gewinnen, wird es in reiner Salzsäure gelöst, die Auflösung, wenn nöthig, filtrirt und durch kohlensaures Natron zerlegt. Nachdem der Niederschlag vollständig ausgesüsst worden, wird er mit Oxalsäure-Auflösung übergossen, und sobald die Entwickelung von kohlensaurem Gas aufgehört, schüttelt man das Gemisch gut um und lässt absetzen. Man giesst die klare Flüssigkeit, welche möglicherweise eine geringe Menge oxalsaures Eisenoxyd enthalten kann, ab, wäscht den Rückstand mit Wasser, löst ihn in Aetzammoniak-Flüssigkeit auf, fügt destillirtes Wasser hinzu und lässt die Solution an der Luft stehen; diese Auflösung enthält neben Kobalt, in der Regel, etwas Zink und Nickel. Während des Entweichens des Ammoniaks fällt oxalsaures Nickel- und Manganoxyd, nebst einer unbedeutenden Menge von oxalsaurem Kobaltoxyd nieder, dahingegen das übrige oxalsaure Kobaltoxyd rein in der Auflösung zurückbleibt. Sobald sich nichts mehr abscheidet, wird die Flüssigkeit vom Niederschlage abfiltrirt, dieselbe zur Trockne verdunstet und der trockne Rückstand in einer Retorte im Sandbade zersetzt. Den geglühten Retorteninhalt, aus Metall und Oxyd bestehend, löst man in Salzsäure auf, filtrirt die Solution, schlägt mit kohlensaurem Natron nieder, süsst sorgfältig aus, trocknet und glüht denselben schwach in einem bedeckten Porcellantiegel. Dasselbe (Co O) hat eine olivengrüne Farbe, mitunter einen Stich ins Bräunliche und dient, sowie das kohlensaure Oxyd, am besten

Digitized by Google

zur Darstellung der Kobaltsalze. Von 1 Centner oder 110 Pfund schwarzem Vitriol erhielt man zwischen 1 Pfund 10 Unzen bis $1\frac{3}{4}$ Pfund Kobaltsuperoxyd.

Salpetersaures Kobaltoxyd.

$$Co + NO_5 + 2HO.$$

(Cobaltum [oxydatum] nitricum; Nitrate ou Protonitrate de Cobalt; Nitrate of cobalt.)

Vier Unzen des grünen (oder des kohlensauren) Oxydes werden in einer porcellanenen Schaale mit etwa $\frac{1}{2}$ Pf. destillirten Wassers angerührt, darauf setze man so lange reine Salpetersäure hinzu, bis alles aufgelöst ist; es werden dazu etwa $18\frac{1}{2}$ Unzen von 25^0 B. = 1,20 sp. G. erforderlich sein. Die Solution wird, wenn nöthig, filtrirt, in derselben Schaale bis zum Krystallisationspunkte verdunstet, dann aber auf einen minder heissen Platz des Sandbades gestellt und mit einem porcellanenen Spatel so lange unausgesetzt umgerührt, als salpetersaure Dämpfe entweichen und dieselbe in eine trockne Masse verwandelt worden ist, worauf das Salz in vorher tarirte, $\frac{1}{2}$ Unze und 1 Unze haltende Stöpselgläser gefüllt wird.

Von den angewandten 4 Unzen Kobaltoxyd wurden $9\frac{1}{4}$ Unzen trocknes Salz erhalten.

Das trockne, wasserfreie salpetersaure Kobaltoxyd erscheint als ein violettes Pulver und mit 2 M. G. Wasser verbunden in karmoisinrothen Prismen (4 Unzen obigen Oxydes geben zwischen $10\frac{1}{2}$ bis $10\frac{3}{4}$ Unzen krystallisirtes Salz), löst sich leicht in Wasser, auch in Alkohol auf, schmeckt stechend und zusammenziehend, zerfliesst; in der Glühhitze wird es total zersetzt, unter Hinterlassung von schwarzem Oxyd. Salpetersaures Kobaltoxyd ist zu untersuchen: auf Arsen, Nickel, Kupfer, Eisen, Mangan, Zink.

Nickeloxyd.

Ni O.

(Niccolum oxydatum; Protoxide ou Oxide de nickel; Oxide of nickel.)

Wie bei dem Artikel »Kobaltoxyd« erwähnt worden ist, enthält der Mannsfelder schwarze Vitriol bemerkenswerthe Mengen schwefelsauren Kobalt- und Nickeloxydes, und die Trennung beider aus jener Handelswaare, sowie die Reinigung des Nickeloxydes von Zink anlangend, verweise ich auf jenen Artikel.

Ausser aus jenem Vitriol habe ich das Nickeloxyd auch nach der von Wöhler angegebenen Methode durch Schmelzen eines Gemenges von feingepulverter Kobaltspeise, Pottasche und Schwefel, als auch durch Glühen von gepulverter Speise, Salpeter und kohlensaurem Kali zum Oefteren abgeschieden.

Die zur Gewinnung des Nickeloxydes angewandten Speisen wurden vor ihrer Verarbeitung gutachtlichen qualitativen Prüfungen unterworfen, und es ergab sich, dass sie ausser Nickel, Arsen und Schwefel (bald mehr bald weniger von den letzten), auch etwas Kobalt, Eisen, Kupfer, einigemal auch nur wenig Nickel (ausziehbar durch Essigsäure) und Kieselerde (Sand) enthielten.

Ein inniges Gemenge von 4 Pf. feingepulverter Kobaltspeise, 8 Pf. Kalisalpeter und 4 Pf. kohlensaurem Kali wird nach und nach in einen glühenden, beschlagenen hessischen Rothgiesser eingetragen; nachdem die letzte Portion hineingeschüttet ist, lässt man noch $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$ Stunde fortglühen, worauf der Tiegel aus dem Feuer gehoben und sein Inhalt auf eine blanke Eisenplatte entleert wird. Man lässt erkalten, zerschlägt die Masse in kleinere Stücke und laugt so lange mit siedendem Wasser aus, bis alle Salztheile entfernt sind, worauf der Rückstand getrocknet und nach dem Trocknen feingerieben wird; das erhaltene Oxyd besitzt eine dunkelgraue Farbe. Von 4 Pf Kobaltspeise wurden $2\frac{1}{2}$ Pf. Nickeloxyd erhalten, d. i. $62\frac{1}{2}$ Proc. — Die mit demselben angestellte Prüfung ergab, dass es eine sehr geringe Menge Kupfer- und Kobaltoxyd enthielt. Für den technischen Gebrauch erwies sich das Oxyd in diesem Zustande rein genug.

Um das Nickeloxyd ganz rein zu erhalten, wurden weitere 2 Pf. feingepulverter Kobaltspeise mit 4 Pf. Salpeter und 2 Pf. koh-

Digitized by Google

lensaurem Kali ebenso behandelt, und nachdem das aus der Operation hervorgegangene Oxyd vollständig mit Wasser ausgewaschen worden, löste man dasselbe in 25grädiger reiner Salpetersäure in einem Glaskolben im Sandbade auf, wozu $7\frac{3}{4}$ Pf. Säure erforderlich waren. Die Solution wurde in einer porcellanenen Schaale bis zum Krystallisationspunkte abgedampft, dann unter beständigem Umrühren mit einem porcellanenen Spatel bis beinahe zur Trockne abgeraucht, wieder in Wasser aufgenommen und durch die saure Solution Schwefelwasserstoff geleitet, um das Kupfer zu fällen, worauf man das Schwefelkupfer durch Filtration von der grün gefärbten Flüssigkeit trennte. Sodann brachte man die Flüssigkeit in einer Porcellanschaale nahe zum Sieden, um den überschüssigen Schwefelwasserstoff auszutreiben, filtrirte abermals, verdünnte mit Wasser und fügte so lange 20grädige Aetznatronlauge hinzu, als noch ein Niederschlag entstand. Nachdem dieser voluminöse grüne Präcipitat mit Wasser vollständig ausgesüsst worden war, brachte man denselben in eine Flasche und übergoss ihn mit Aetzammoniakflüssigkeit, in welcher er sich mit blauer Farbe auflöste. Zu dieser ammoniakalischen Solution setzte man heisses destillirtes Wasser und fügte dann so lange Aetznatronlauge hinzu, bis die Auflösung ihre blaue Farbe verloren und eine rothe angenommen hatte. Der grüne Niederschlag wurde mit Wasser vollständig ausgesüsst, getrocknet und im Porcellantiegel schwach geglüht. Von den angewandten 2 Pf. Kobaltspeise erhielt man $17\frac{3}{4}$ Unz. reines Nickeloxyd.

Die ammoniakalische Kobaltauflösung versetzte man mit hydrothionsaurem Ammoniak, das erhaltene gut ausgewaschene Schwefelkobalt nahm man in Salpetersäure auf und fällte es aus dieser Auflösung durch kohlensaures Natron. Das erhaltene gut ausgesüsste und getrocknete Carbonat gab nach dem Glühen 3 Drachmen Kobaltsuperoxyd.

Nickeloxyd ist ein dunkelaschgraues Pulver, welches mit 1 M. G. Wasser ein apfelgrünes Hydrat gibt und in Säuren mit grüner Farbe sich auflöst. Dasselbe ist zu prüfen auf Arsen, Kobalt, Kupfer, Eisen, Mangan, Zink, Antimon, Wismuth.

Digitized by Google

Salpetersaures Nickeloxyd.

$NiO, NO_5 + 6HO$.

(Niccolum [oxydatum] nitricum; Nitrate de nickel crystallisé; Crystallized nitrate of nickel.)

4 Unzen reines Nickeloxyd werden in ($1\frac{3}{8}$ Pf) reiner Salpetersäure zu 25° B. in einem Glaskolben aufgelöst; die erhaltene Auflösung dampft man in einer porcellanenen Schaale im Sandbade bis zur Erscheinung einer dünnen Salzhaut langsam ab, worauf dieselbe an einen trocknen kühlen Ort zur Krystallisation gestellt wird. Sobald, nach 1 bis 2 Tagen, der erste Anschuss beendigt ist, wird die Lauge abgegossen, das Salz auf einem Trichter gesammelt, nachdem die anhängende Lauge abgetropft, zwischen Druckpapier getrocknet und in ein mit Glasstöpsel zu verschliessendes Glas gegeben; die rückständige Lauge verdampft man weiter zur Krystallisation. Von 4 Unzen Oxyd erhielt man $14\frac{1}{2}$ Unzen krystallisirtes salpetersaures Nickeloxyd.

Wird dasselbe im wasserfreien Zustande verlangt, dann dampft man die Lauge, wenn sie bis zur Erscheinung einer Salzhaut abgeraucht ist, unter stetem Umrühren mit einem porcellanenen Spatel auf einer mässig warmen Stelle des Sandbades zur Trockne ein. Man erhielt von 4 Unz. Oxyd $9\frac{1}{2}$ Unz. trocknes salpetersaures Salz.

Das salpetersaure Nickeloxyd krystallisirt in smaragdgrünen sechsseitigen Prismen, im trocknen Zustande bildet dasselbe ein hellbläulichgrünes krystallinisches Pulver; es zerfliesst in feuchter und die Krystalle verwittern in trockner Luft, löst sich in 2 Th. Wasser auf, auch in Alkohol, wird durch's Erhitzen zersetzt, erst in ein gelbgrünes basisches Salz, dann im Glühen in Superoxyd und zuletzt in Oxyd. — Dasselbe ist auf dieselben Verunreinigungen zu prüfen, welche bei dem »Nickeloxyde« angegeben worden sind, auch auf Schwefelsäure und Chlor.

Digitized by Google

Bleioxydhydrat.

$2\,PbO + HO$.

(Plumbum oxydatum hydraticum; Protoxide de plomb hydraté; Hydrated protoxide of lead.)

In einem tannenen Bottich werden 20 Pf. kupferfreies essigsaures Bleioxyd in 4 bis 5 Eimer (48 bis 60 Quart) heissem destillirtem Wasser gelöst; die Auflösung versetzt man nach und nach und unter Umrühren so lange mit einer mit gleichen Theilen reinen Wassers verdünnten 36 grädigen Aetznatronlauge als noch ein Niederschlag hervorgebracht wird. Das Zusetzen der Natronsolution muss zuletzt sehr vorsichtig geschehen, denn wenn das Natron in der Flüssigkeit prädominirt, löst sich ein Antheil des Niederschlags wieder auf. Sobald sich derselbe gesetzt hat, zieht man die klare Lauge, welche bei Bereitung des essigsauren Natrons für den technischen Gebrauch mit eingedampft werden kann, ab, giesst auf denselben wieder warmes destillirtes Wasser und süsst ihn so rasch als möglich aus, um die Bildung von kohlensaurem Bleioxyd so viel als thunlich zu verhüten. Derselbe Umstand ist bei dem Trocknen des Präparats zu berücksichtigen, weshalb man dasselbe in der heissen Trockenkammer auf mit Papier belegten Horden unternimmt. Das getrocknete Hydrat wird in gut verschlossenen Gläsern aufbewahrt. Zwanzig Pfund Bleizucker erforderten $12\frac{7}{8}$ Pf. Aetznatronlauge zu 36° B. und man erhielt $11\frac{7}{8}$ Pf. Bleioxydhydrat.

Bleioxydhydrat ist ein weisses krystallinisches Pulver, in Wasser nicht ganz unauflöslich. Dasselbe sollte sich in verdünnter Salpetersäure ohne Aufbrausen auflösen, jedoch ist es niemals ganz frei von Kohlensäure, da es während seiner Bereitung stets geringe Mengen davon aus der Luft sowohl, als auch aus der Aetznatronlauge aufnimmt, welche letztere, selbst auf die sorgfältigste Weise aufbewahrt, immer etwas kohlensaures Salz enthält.

In einem porcellanenen Tiegel erhitzt, verliert dasselbe zuerst sein Wasser und verwandelt sich in mässiger Glühhitze zuletzt in ein gelbes Pulver (Bleioxyd). — Dasselbe kann verunreinigt sein: durch Kupfer, Schwefelsäure, Salzsäure und

durch basisch-salpetersaures Bleioxyd, wenn salpetersaures Salz durch ätzendes Kali, Natron oder Ammoniak niedergeschlagen wurde.

Salpetersaures Bleioxyd.

$Pb\,O, NO_5$.

(Bleisalpeter; Plumbum [oxydatum] nitricum; Nitrate de plomb; Nitrate of lead.)

Ein Galeerenofen mit 8 bis 10 Kapellen, beschrieben bei dem Artikel »Salpetersäure«, wird mit — durch Schmelzen und Ausgiessen in Wasser — zerkleinertem Blei und Salpetersäure beschickt. Es kann dazu recht gut in Cylindern destillirte Säure angewandt werden, nur nicht die in der ersten Vorlage enthaltene, weil sie Schwefelsäure und auch nicht die in der letzten befindliche, weil diese zu viel Chlor enthält.

In eine jede Retorte gibt man 8 Pf. zerkleinertes Blei und 6 Pf. Wasser, setzt die Retorten aufrecht in die Kapellen, giesst in eine jede 22 Pf. Salpetersäure zu 36 ° B. (= 1,33 sp. Gew.), neigt deren Schnäbel abwärts, schiebt schnell gläserne oder irdene Vorlagen an und gibt schwaches Feuer. Sobald alles Blei vollständig aufgelöst ist, verstärkt man das Feuer, doch so, dass die Flüssigkeit in den Retorten nicht geradezu ins Kochen geräth und unterhält dasselbe bis aus jeder Retorte etwa 8 bis 9 Pfund Flüssigkeit übergegangen sind, worauf das Feuer entfernt und, um das Abkühlen des Ofens zu befördern, dessen Heitzthür offen gelassen wird. Den nächsten Tag nimmt man die Retorten aus dem Ofen, füllt die Lauge in irdene Schüsseln, sammelt das in den Retorten bereits angeschossene Salz auf einem gläsernen oder irdenen Trichter und spühlt es mit wenig Wasser ab, um etwa anhängende Säure zu entfernen. Die Schüsseln mit der Lauge werden in's Sandbad gestellt und die letztere verdunstet man bis zur Erscheinung eines Salzhäutchens, worauf sie an einen kühlen

Digitized by Google

vor Schwefelwasserstoff-Ausdünstungen geschützten Platz gestellt werden; nach geschehener Krystallisation dampft man die Lauge weiter ein, und so fort. Die letzte Mutterlauge ist meistens etwas grün gefärbt (Kupfer); sie wird bei neuen Ansätzen wieder mit verwendet. Die in den Vorlagen befindliche saure Flüssigkeit wird, wenn sie nicht durch Blei verunreinigt ist — was sich allerdings nur durch Unvorsichtigkeit zutragen kann — zum Vermischen der Salpetersäure für den Handel verbraucht, im entgegengesetzten Falle muss man sie zu neuen Ansätzen des salpetersauren Bleioxyds aufheben und, statt Wasser, zuschlagen. Es wurden von 64 Pf. Blei und 176 Pf. Salpetersäure von 1,33 sp. G. 95 Pf. krystallisirtes salpetersaures Bleioxyd erhalten.

Das Salz krystallisirt in durchsichtigen, farblosen, auch opaken Octaëdern, schmeckt kühlend, süsslich, stechend, löst sich in $7\frac{1}{2}$ Th. kaltem und in beträchtlich weniger kochendem Wasser auf, nicht in Weingeist und nicht in concentrirter Salpetersäure. Es verknistert in der Hitze, bei stärkerer Hitze schmilzt es, zersetzt sich, entbindet Sauerstoff- und untersalpetersaures Gas und hinterlässt reines Bleioxyd. Das salpetersaure Bleioxyd ist auf Kupfer, Eisen, Chlor zu prüfen.

Essigsaures Bleioxyd.

$$Pb\,O,\ \overline{A} + 3\,HO.$$

(Holzsaures oder Holzessigsaures Bleioxyd, Bleizucker; Plumbum [oxydatum] aceticum seu pyrolignosum, Saccharum saturni; Acétate ou Pyrolignite de Plomb, Sucre ou Sel de saturn; Acetate of lead, Sugar of lead, Sugar or Salt of saturn.)

In einer bleiernen Pfanne werden 360 Quart nochmals destillirten Holzessigs zu 4^0 B. (= 1,028 sp. Gew.) schwach erwärmt und gleichzeitig 78 Pf. möglichst kupferfreie Bleiglätte in kleinen Portionen hinzugesetzt. Man rührt ununterbrochen mit einem

Wenn man den Holzessig (rohen) einer langsamen Destillation über Holzkohle unterwirft, dann erhält man ein geruchfreies Destillat; nur darf selbstverständlich nicht bis zur Trockne destillirt werden.

Ameisensaures Bleioxyd.

Pb O, $\overline{F}$.

(Formylsaures Bleioxyd; Plumbum [oxydatum] formicicum; Formiate de plomb Formiate of lead.)

In eine kleine Tubulatretorte werden $\frac{7}{8}$ Pf. reines ameisensaures Natron gegeben und darauf legt man eine Vorlage an; die Fugen verklebt man mit Mehlkleister und Papier oder mit Blase, in welche zwei bis drei Nadelstiche gemacht werden, um der atmosphärischen Luft bei der Destillation einen Ausweg zu lassen. Wenn das Lutum angetrocknet ist, giesst man durch den Tubulus der Retorte ein Gemisch von $1\frac{1}{4}$ Pf. reiner Schwefelsäure zu 1,845 sp. Gew. und $\frac{1}{2}$ Pf. Wasser; nachdem man den Stöpsel eingesetzt und mit Blase verbunden hat, gibt man Feuer und destillirt bei mässiger Hitze, welche zu Ende der Arbeit gesteigert wird, bis zur Trockne. Die aus der Destillation hervorgegangene, ungefärbte Ameisensäure wird in einen grossen gläsernen Cylinder gegeben und eine Auflösung von $\frac{5}{8}$ Pfund reinem essigsaurem Bleioxyd in $1\frac{1}{2}$ Pf. reinem Wasser, unter Umrühren mit einem Glasstabe, hinzugesetzt. Nach mehrstündigem Stehen giesst man die klare Flüssigkeit von dem krystallinischen Bodensatze ab, bringt denselben auf ein weisses leinenes Tuch, lässt die anhängende Flüssigkeit abtropfen und wäscht darauf das Salz mit 80 procentigem Alkohol ab, um anhängende Essigsäure zu entfernen; es wurde 1 Pf. Alkohol zum Waschen des Salzes verbraucht, die Säure neutralisirte man mit kohlensaurem Blei und schlug die Auflösung bei der Destillation von Essigäther mit zu.

Digitized by Google

Das erhaltene Salz wurde in destillirtem Wasser im Kochen aufgelöst, um regelmässige Krystalle zu erhalten, und bis zum nächsten Tage an einen kühlen Ort gesetzt; die Krystalle wurden auf Druckpapier getrocknet und in einem verschlossenen Glase aufbewahrt.

Das ameisensaure Bleioxyd schiesst in langen, glänzenden, prismatischen Krystallen an, löst sich in 36 Th. kaltem und in weit weniger kochendem Wasser, nicht in Alkohol auf. Es enthält kein Krystallwasser und verhält sich in starker Hitze wie Bleizucker. Das Salz ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Kupfer, Essigsäure, Schwefelsäure, Chlor.

Von $\frac{1}{8}$ Pf. ameisensaurem Natron und den oben angegebenen Gewichtsmengen der übrigen Substanzen wurden 7 $\frac{1}{2}$ Unzen ameisensaures Bleioxyd erhalten.

Doppelt Schwefelzinn.

$Sn\,S_2$.

(Zinnsulfid, Musivgold; Stannum bisulphuratum, Aurum musivum: Deutosulfure d'étain, Or mussif, Or de Judée; Bisulphuret of tin, Mosaic Gold.)

Es gibt mehrere Methoden das Musivgold darzustellen; unter den von mir versuchten hat mir die nachstehende am meisten zugesagt, weil bei gehöriger Aufmerksamkeit jederzeit ein gutes Resultat erhalten wird.

Man bringe 6 Pf. Zinn in einen hessischen Tiegel zum Schmelzen und setze 3 Pf. erwärmtes Quecksilber hinzu, zerreibe das erhaltene Amalgam in einem porcellanenen oder steinernen Mörser, vermenge es innig mit 3$\frac{1}{2}$ Pf. Schwefelblumen und 3 Pf. feingepulvertem Salmiak, gebe das Gemenge in einen 18 bis 22 Qt. haltenden Glaskolben, dessen Hals etwa 4 bis 5" abgesprengt worden war, setze denselben in eine Kapelle und umschütte ihn

Digitized by Google

bis die Entwickelung von Schwefelwasserstoffgas
ben von Salmiakdämpfen aufhört, worauf man
dunkeln Rothgluht verstärkt und dieselbe bis
Aufsteigen von Schwefeldämpfen unterhält. Ist
eingetreten, dann entfernt man rasch das Feuer
Heitzthür, um der Kapelle durch ein zu schnell
zu schaden, zieht den Kolben langsam aus
Höhe und lässt ihn ½ Stunde oben auf dem San
man ihn auf einen erwärmten eisernen Ring bei
vollständigem Erkalten sprenge man den Kolb
angesetzten Sublimats, welcher in Zinnober nebs
Salmiak besteht, ab. Am Boden des Kolbens be
gold, und zwar in der obersten Schicht das s
goldglänzender zarter Blättchen; meist erhält
mehr davon in feinen, gelbbräunlichen, durchs
pen und ganz zu unterst findet man eine harte
dem Glase anhaftend, welche einfaches Schwef
stets, selbst bei der bestregulirten Feuerung, i
bildet. Um die beiden Schwefelungsstufen von
nen, wird der Untertheil des Kolbens vorsichtig
die untere harte Kruste zur Zinnsalzbereitung
Den goldgelben und den gelbbräunlichen Artik
vereinzelt in zwei besondere Gläser geben;
letzteren der grössere Antheil erhalten wird, i
Beziehung vortheilhafter, beide mit einander
gemischt, in einer Flasche für den Verkauf

Die Anwendung des Quecksilbers in dies
dazu, das Zinn fein zu zertheilen und die Ve
Schwefel zu befördern, und die Gegenwart des
so lange er noch verdunstet, eine bestimmt
ganzen Mischung zu erhalten, damit das Zinns
auf das Minimum der Schwefelung zurückgefüh

Von den oben angeführten Mengen wurden
Doppelt-Schwefelzinn erhalten.

Das Musivgold erscheint in rein goldgelben
gelben, glänzenden, fettiganzufühlenden glimme

Digitized by Google

gesmacklos und in Wasser unlöslich sind. Es löst sich in Königswasser, unter Abscheidung von Schwefel und Bildung von Zinnchlorid auf, ist aber in einfachen Säuren unlöslich; es löst sich auch in kochender Kalilauge, was mit dem einfachen Schwefelzinn nicht der Fall ist und verbindet sich mit Schwefelkalium, Schwefelammonium zu Schwefelsalzen. In der Rothglühhitze verliert das Zinnsulfid die Hälfte seines Schwefels und verwandelt sich in Zinnsulfür. Dasselbe dürfte — von mangelhaftem Sortiren herrührend — wohl nur durch eine geringe Menge Einfach-Schwefelzinn verunreinigt sein können.

Zinnchlorür.

Sn Cl + 2 HO.

(Salzsaures Zinnoxydul, Zinnsalz; Stannum chloratum, Stannum muriaticum oxydulatum, Sal stanni, Sal jovis; Protochlorure d'étain, Protomuriate, ou Protohydrochlorate d'étain, Sel d'étain; Protochloride of tin, Muriate, or Protom., or Hydrochlor. of tin, Tin-salt.)

Man stellt das Zinnsalz auf die Weise dar, dass man zerkleinertes Zinn (— erhalten durch Ausgiessen des schmelzenden Blockzinns in Wasser —) in Retorten mit Salzsäure behandelt; dass man 3 bis 4 Reihen irdener, an ihren Böden mit irdenen Hähnen oder mit Stopflöchern versehener Töpfe terrassenförmig, ausserhalb des Arbeitslokals unter einem Schuppen, über einander aufstellt, und sie sämmtlich zu $\frac{3}{4}$ mit zerkleinertem Zinn anfüllt. Das Zinn in den Töpfen der 3 oberen Reihen wird so weit mit starker Salzsäure, möglichst frei von Schwefelsäure, übergossen, dass dieselbe einige Zoll hoch über dem Zinn steht. Wenn nach 24 bis 36 Stunden die Flüssigkeit keine Einwirkung mehr auf das unaufgelöst zurückgebliebene Metall zu äussern scheint, öffnet man die Hähne der 3. Topfreihe und lässt die saure Auflösung auf das in den Töpfen der 4. Reihe befindliche Zinn langsam

Digitized by Google

ablaufen, füllt alsdann die Töpfe der 3. Reihe mit Zinn nach, lässt die Lauge aus der 2. Reihe in die der 3. laufen und verfährt darauf ebenso mit der 2. aufwärts zu der oberen; nachdem die obere Reihe wieder zu $\frac{3}{4}$ mit Zinn nachgefüllt worden, übergiesst man hier mit starker Salzsäure wie das erste Mal u. s. f. — Wegen der grossen Menge von Wasserstoffgas, welches sich, meistens mit Arsenwasserstoffgas vermischt, bei dieser Operation entwickelt, ist es nöthig, die Töpfe nicht in dem Arbeitslokale selbst, sondern unter einem, an einer Seite offenen Schuppen neben denselben aufzustellen. — Die Bereitung der Zinnsalzlauge geht auf diese Weise allerdings etwas langsam von statten, allein man kann dadurch, ohne erhebliche Kosten und Mühe, stets ein nicht unbeträchtliches Quantum starker Lauge vorräthig halten, die man nur nöthig hat über einer geringen Menge zerkleinerten Metalls in irdenen Schüsseln im Sandbade, oder in Retorten in Kapellen, oder auch über Zinn im kupfernen Kessel zum Krystallisationspunkte zu concentriren; wenn dieser Punkt erreicht ist, giesst man die klare Lauge von dem am Boden liegenden Zinn und abgelagerten Schmutz in reine irdene Schüsseln (von 6 bis höchstens 8 Quart Inhalt) ab und setzt dieselben zum Erkalten bei Seite.

Statt das Zinn in gläsernen Retorten, irdenen Töpfen — oder in irdenen Schüsseln — in Salzsäure aufzulösen, bewerkstelligt man diese Arbeit auch wohl in kupfernen Kesseln; in derlei Gefässen geht das Auflösen des Zinn's und das Concentriren der Lauge sehr rasch von statten, allein es trat mir der unangenehme Umstand dabei entgegen, dass die Auflösung meistens ein trübes und dabei schillerndes Ansehen hatte und — durch Sand filtrirt werden musste; und obschon dieselbe dadurch geklärt wurde, so erhielt man dennoch niemals ein Zinnsalz von solch' einem schönen Aeussern, als auf die im Vorstehenden vorübergehend erwähnte Weise. Statt das Zinn mit wasserhaltiger Salzsäure zu behandeln, habe ich das Zinnsalz (nebenbei) auch dadurch bereitet, dass ich salzsaures Gas in irdene Gefässe auf zerkleinertes Zinn leitete.

1. Bereitung des Zinnsalzes mittelst Salzsäure in Retorten.

Man hat 2 bis 4 Galeerenöfen (— m. s. die Beschreibung derselben bei »Salpetersäure« —), einen jeden mit 9 Kapellen;

jeden Tag werden, bei grossem Bedarf, zwei derselben mit Einlagen beschickt, bei minderen wird nur ein Ofen besetzt. In eine jede Retorte gebe man 12 bis 15 Pf. zerkleinertes Zinn, übergiesse dasselbe, im ersten Falle mit 25 Pf., im andern mit $31\frac{1}{2}$ Pf. schwefelsäurefreier Salzsäure (m. s. bei dieser) von 21 bis 22^0 B. = 1,169 bis 1,179 sp. G., lege dieselben auf etwa $2\frac{1}{2}$" hohe Unterlagen trocknen Sandes in die Kapellen ein, umschütte sie zur Hälfte mit Sand, schiebe irdene, sogenannte birnförmige Vorlagen — wie bei dem Artikel »Salzsäure« angegeben — oder gläserne Kolben dergestalt an, dass man den an der Wölbung angebrachten Tubulus der irdenen Vorlage nicht nach oben, sondern nach der Seite zu richtet, lasse denselben einstweilen offen, und verstreiche die Fugen zwischen Retorte und Vorlage mit Lehmkitt. Sodann wird schwaches Feuer gegeben und ein solches so lange unterhalten, bis die heftige Einwirkung der Säure auf das Metall nach und nach aufhört, worauf man in dem $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$" weiten Tubulus einer jeden Vorlage ein rechtwinklig- oder sonst passend gebogenes Glasrohr mit Lehm fest einkittet und das äussere Ende desselben in eine kleine zur Hälfte oder zu $\frac{3}{4}$ mit Wasser gefüllte Flasche unter demselben münden lässt. Man feuert nun um ein Weniges stärker, und zwar so lange bis — bei einer Einlage von 15 Pf. Metall und $31\frac{1}{2}$ Pf. Säure — etwa 4 — 5 Pfund Flüssigkeit überdestillirt sind; alsdann entfernt man sämmtliches Feuer und lässt den Ofen unangerührt stehen.

Früh Morgens des nächsten Tages nimmt man die Vorlagen ab, und benutzt die in ihnen enthaltene schwache Säure zum Uebergiessen des ausserhalb des Gebäudes in Töpfen befindlichen Zinn's, oder man verwendet dieselbe auf andere, später unter 2. zu beschreibende Art; die in den kleinen Glasflaschen enthaltene schwach saure Flüssigkeit wird so oft wieder vorgeschlagen, bis sie stark genug ist, um zum Uebergiessen von Zinn gebraucht werden zu können. Man hebt nun die Retorten langsam und vorsichtig aus den Kapellen empor, damit sich der schwarzgraue, mitunter ganz schwarze Bodensatz nicht aufrüttele und die Lauge trübe mache, und giesst die klare, kaum gefärbte Lauge von dem Bodensatze und dem unaufgelöst gebliebenen Zinn ab in bereit stehende irdene Schüsseln, welche, wenn gefüllt, in das Krystallisationslokal gebracht werden, woselbst sie bis zum nächsten Tage stehen bleiben. Auf die in den Retorten gebliebenen Rückstände

Digitized by Google

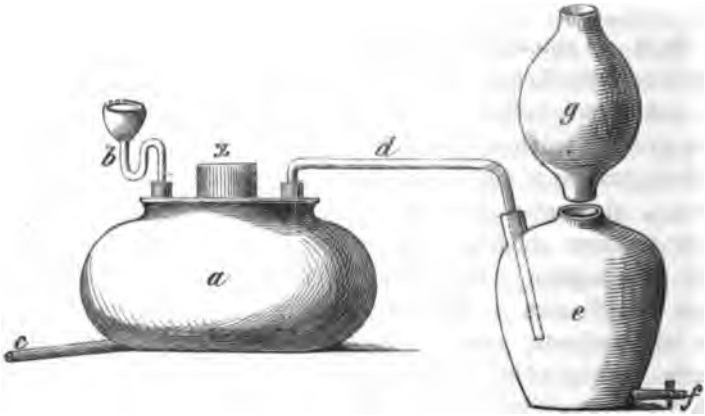
gibt man etwas schwache Salzsäure, schwenkt damit langsam um und spühlt den dunkelgefärbten Schlamm von dem unaufgelösten Metall ab, auf einen mit feuchtem Quarzsand gefüllten irdenen Trichter, um diese schwache Lauge zu filtriren, während man das Zinn in den Retorten hinterlässt und dieselben, im Laufe des Tages, für den nächsten Tag wieder mit einer gleichen Quantität zerkleinerten Metalls füllt. Der oder die Oefen, welche am vorhergehenden Tage still gelegen hatten, werden mit mit Zinn bereits gefüllten und dann mit Salzsäure gespeiseten Retorten wieder besetzt und fährt man dabei ununterbrochen auf die vorhin angegebene Weise fort.

Nach 24 stündigem Stehen ist die Krystallisation der in den Schüsseln befindlichen Lauge beendigt; man giesst die Flüssigkeit von dem starken Anschuss ab und sammelt das Salz auf einen grossen irdenen Trichter — wozu, wie a. a. O. mehrfach erwähnt, man sich eines zerrissenen irdenen Säureballons bedienen kann —, den man in einen mit starken Beinen versehenen hölzernen Rahmen einhängt und dessen Hals man von inwendig mit einem gebrannten Thonstöpsel locker verschlossen hatte. Die Lauge dampft man in irdenen Schüsseln über etwas zerkleinertem Zinn im Sandbade, oder, besser, mit schwächerer Lauge, aus den irdenen Ansatztöpfen, vermischt in Retorten gleichfalls über etwas Zinn zur Krystallisation ab. Sobald sämmtliche Lauge von dem auf dem Trichter befindlichen Salze abgetröpft ist, wird dasselbe in der »Zinnsalztrockenkammer« auf aus Thon gebrannten perforirten flachen Schüsseln (Sieben) bei schwacher Wärme getrocknet. Zum Aufbringen des Salzes auf diese Siebe benutzt man breite Spatel von gebranntem Thon; hölzerne sind dabei zu verwerfen. Nach dem Trocknen werden die etwas zusammengebackenen Salzklumpen in einer flachen irdenen Schüssel mit einem porcellanenen oder irdenen Pistill zerdrückt, und darauf verpackt man das Salz in mit Papier ausgelegte Fässer von 50 bis 100 bis 200 Pfund Netto-Gewicht Gehalt. Diese Fässer werden aus Weiss-Eichenholz gefertigt und ein Fass, welches 100 Pf. Zinnsalz fasst, ist 15″ hoch, hat unten und oben einen Durchmesser im Lichten von $11\frac{1}{2}$″ und ist mit Haselstauden-Reifen gebunden.

2. Mittelst salzsauren Gases in irdenen Gefässen.

Das salzsaure Gas wird in einer bleiernen Blase aus Kochsalzmutterlauge und Schwefelsäure entwickelt und dann direkt in mit Zinn angefüllte irdene Gefässe geleitet. Die Blase ist eben eine solche, wie sie bei dem Artikel »Brom« beschrieben worden, nur mit dem Unterschiede, dass das Rührwerk (Agitator) hier überflüssig, während dasselbe dort nothwendig ist.

Fig. 90.



a die Blase 3′ lang und 18″ hoch; b ein gebogener bleierner Trichter; c ein 2 bis $2\frac{1}{2}$″ im Lichten weites, mit Blei ausgefuttertes, gusseisernes Rohr zum Ablassen der erhaltenen sauren Salzlauge, welches, durch das Mauerwerk gehend, nach Aussen mündet und während der Operation durch einen Holzpflock verschlossen ist; d ein irdenes Rohr zum Einleiten der gasförmigen und der zuletzt tropfbarflüssig übergehenden Salzsäure in die steinzeugene Vorlage e mit dem Hahn f, welcher zum Ablassen der erhaltenen Zinnsalzlauge dient. Die Vorlage e sowohl, als der oben und unten offene, gleichfalls steinzeugene trichterförmige Aufsatz g werden beide mit zerkleinertem Zinn ganz angefüllt; durch die bleierne Kapsel x wird die Blase mit 350 Pf. ($4\frac{1}{4}$ bis $4\frac{1}{2}$ Eimer) eingekochter Mutterlauge von 39 bis 40° B. beschickt. — Die Mutterlauge enthält vorzugsweise Chlormagnesium, nebst Brommagnesium, und hin und wieder eine geringe Menge Chlor-

Digitized by Google

calcium; enthält dieselbe zu viel des letzteren, dann ist es wegen Verlust an Schwefelsäure unvortheilhaft, eine solche anzuwenden. — Sodann wird die Blase durch das Rohr d mit e mittelst Thonölkitt oder mit Schwerspathkitt luftdicht verbunden. Nachdem die Verkittungen gehörig angetrocknet sind, giesst man durch den Trichter x 210 Pf. Kammersäure zu 50 ° B. in die Mutterlauge, durch den irdenen Trichter g aber etwa 2 Quart Wasser oder von jener schwachen Salzsäure, welche aus den Vorlagen, beim Auflösen des Zinns in Retorten, zurückgestellt worden ist. Hierauf gibt man schwaches Feuer und unterhält ein solches so lange, als noch gasförmige Säure entwickelt wird. Während der Operation hat man das Zinn von Zeit zu Zeit durch den Trichter g mit etwas Wasser oder schwacher Salzsäure anzufeuchten und dasselbe, sobald es im Wasser sinkt, durch neues zu ersetzen, um denselben wie auch die Vorlage stets damit angefüllt zu erhalten; nach jedesmaligem Nachgeben von Metall oder Wasser muss die Oeffnung des Trichters mit einer irdenen Scheibe lose bedeckt werden, damit dem Wasserstoffgase ein Ausweg bleibt. Die während der Arbeitszeit in der Vorlage sich ansammelnde Lauge wird von Zeit zu Zeit durch den Hahn f in einen grossen Steintopf abgelassen; sie ist nach dem Absetzen von metallisch abgeschiedenen, kohligen und zufälligen anderen Unreinigkeiten wasserklar, in der Regel vollkommen ungefärbt und meistens so concentrirt, dass es nur eines geringen Abdampfens über etwas zerkleinertem Zinn bedarf, um den Krystallisationspunkt zu erreichen, was entweder in irdenen Schüsseln im Sandbade oder in Retorten im Galeerenofen geschieht. Die Arbeiten beim Krystallisiren, Trocknen und Verpacken des hier erhaltenen Zinnsalzes sind ganz dieselben, wie sie oben bereits angegeben wurden.

Die letzten Laugen geben öfters ein gelblich gefärbtes Salz; ist dies der Fall, dann hat man dasselbe entweder in kleinen Portionen bei frischen Retortenansätzen mit metallischem Zinn und concentrirter Salzsäure zu behandeln, oder für sich nebst einer geringen Menge Zinn in schwacher Salzsäure wieder aufzulösen, wenn nöthig, durch gewaschenen Quarzsand zu filtriren, abzudampfen und zu krystallisiren.

Bei öfterem Filtriren von Lauge durch eine und dieselbe Sandschicht wird der Sand mit der Zeit so pappig und schleimig, dass die Flüssigkeit nicht recht gut mehr durchläuft, weshalb es nöthig

salztheile zu erhalten. Um dies zu erzielen, wird der Sand mehrmals mit 12- bis 15grädiger Salzsäure auf dem Trichter durchgerührt und die zuletzt klar ablaufende Flüssigkeit in einem grossen Steintopfe gesammelt; und da die vorher abgeschiedenen und im Schlamme befindlichen metallischen Substanzen (Kupfer, Antimon, Arsen) in der angewandten Säure sich wieder aufgelöst haben werden, so gibt man einige Pfunde zerkleinertes Zinn in den Topf, welches die anderen Metalle auf's Neue präcipitirt; die beiden letztgenannten aber werden zum Theil als Antimon- und Arsenwasserstoff mit dem Wasserstoffgase zugleich entweichen.

Von 1000 Pf. Zinn wurden 1750 Pf. bis 1875 Pf. im Durchschnit 1812½ Pf. gutes verkäufliches Zinnsalz erhalten; d. i. $1\frac{3}{4}$ bis $1\frac{7}{8}$ Pf., im Mittel $1\frac{13}{16}$ Pf. Zinnsalz vom Pfunde metallischen Zinns.

Das Zinnchlorür krystallisirt in farblosen, durchsichtigen Nadeln oder in sechsseitigen Säulen mit vierseitigen abgestumpften Endpyramiden, schmeckt sehr unangenehm, herbe, metallisch, wirkt sehr giftig, zerfliesst an der Luft nach und nach, schnell bei freier oder anhängender Säure; es löst sich leicht in wenig Wasser auf, die Auflösung röthet stark das Lackmuspapier und riecht unangenehm, durch eine grössere Menge Wasser zerfällt die Auflösung in ein basisches Salz, welches niedergeschlagen wird, und in ein saures, welches aufgelöst bleibt, bei vorstehender Säure aber entsteht keine Trübung. Die neutrale Auflösung absorbirt Sauerstoff aus der Luft, trübt sich, setzt Zinnoxydhydrat ab und verwandelt sich in Zinnchlorid. In Glasretorten erhitzt, gibt das Zinnchlorür Wasser aus, schmilzt noch vor der Rothglühhitze und destillirt bei dieser Temperatur unter theilweiser Zersetzung über. Dasselbe ist zu prüfen auf Zinnchlorid, Zinnoxydhydrat, Kupfer, Eisen, Blei (Antimon), Schwefelsäure.

Das Zinnsalz des Handels erscheint meistens in nadelförmigen Krystallen oder in zerdrückten Krystallstückchen, welche farblos, durchsichtig und trocken sein und sich in der Hälfte ihres Gewichts Wasser zur klaren Flüssigkeit auflösen müssen.

Zinnsalzsolution für Färber zu 60° B.

Zwanzig Pfund (nicht getrocknetes, sondern nachdem die anhängende Lauge abgetropft ist) vom Trichter genommenes Zinn-

Digitized by Google

einer Stärke von 60° B. = 1,717 sp. Gew. aufgelöst; und wenn nöthig, wird die Auflösung durch Flanell oder im Glastrichter durch aufgezupfte Baumwolle filtrirt. Man erhält 30 Pf. einer wasserhellen und ungefärbten Solution, die man in gut verkorkten und verpichten Glasflaschen oder in verpichten Schraubkruken, in denen sich etwas zerkleinertes Zinn befindet, versendet.

Zinnchlorid.

$Sn\,Cl_2 + 2HO.$

(Salzsaurrs Zinnoxyd, Zinnbutter; Stannum bichloratum, seu Bichloretum stanni hydraticum, Stannum muriaticum oxydatum, Butyrum stanni; Deutochlorure d'étain pour les arts, Deutomuriate ou Deutohydrochlorate d'étain, Beurre d'étain; Perchloride of tin, Deutom. or Deutohydrochlor. of tin, Tin-butter.)

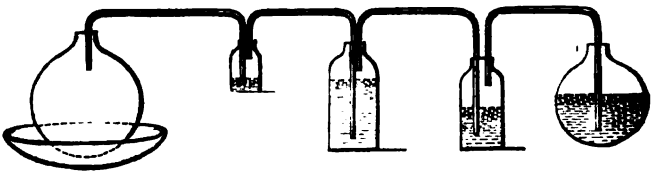
Während man das wasserfreie Zinnchorid, Libav's rauchenden Salzgeist (Spiritus salis fumans Libavii, Deutochlorure d'étain anhydre, Liqueur fumante de Libavius; Libavius fuming-liquor) durch Destillation eines aus 4 Th. Zinn und 1 Th. Quecksilber bereiteten Amalgams mit 19 Th. Quecksilberchlorid erhält, so gewinnt man das feste Hydrat desselben am besten dadurch, dass man eine concentrirte Auflösung des Zinchlorürs so lange mit Chlorgas behandelt, bis das letztere vollkommen in Chlorid verwandelt worden ist, die erhaltene Solution hinreichend eindampft und darauf erkalten lässt.

Man löse 30 Pf. abgetrocknetes Zinnsalz (vom Trichter) in 16 Pf. destillirtem Wasser in irdenen Schüsseln in gelinder Wärme auf, vertheile die Auflösung in zwei cylinderförmige verschieden grosse Glasflaschen mit weiten Mündungen, so zwar, dass die grössere zu $\frac{2}{3}$ bis $\frac{3}{4}$ ihres Rauminhalts mit etwa $\frac{2}{3}$ der Lauge, die kleinere etwa zur Hälfte mit dem Reste derselben angefüllt werde. Nachdem die Auflösung auf diese Weise vertheilt worden ist, gebe

Digitized by Google

man in einen grossen gläsernen Säureballon ein Gemenge von 36 Pf. Kochsalz und 27 Pf. gemahlenem Braunstein, setze denselben in einen flachen eisernen Kessel einige Zoll tief in Sand ein, lege auf die Mündung des Ballons eine runde mit zwei — $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$" weiten — Löchern versehene Scheibe von gebranntem Thon, stecke in das eine Loch derselben den kurzen Schenkel eines gebogenen Glasrohres und verbinde mittelst diesem den Ballon mit einer 3 bis 4 Pf. Wasser fassenden Flasche dadurch, dass man den längeren Schenkel des Rohrs durch das eine Loch einer gleichfalls zweilöcherigen Thonscheibe führt, giesse etwa $1\frac{1}{2}$ bis 2" hoch Wasser in dieselbe und lasse das Rohr etwa $\frac{1}{2}$" unter der Oberfläche desselben münden. Von dieser ersten oder der Waschflasche leite man den langen Schenkel eines andern Glasrohrs in die grosse zu $\frac{2}{3}$ oder $\frac{3}{4}$ mit der Zinnsalz-Auflösung angefüllte Flasche, stecke eine bis auf den Boden derselben reichende Sicherheitsröhre hinein und verbinde diese Flasche mit der kleinen, welche das Uebrige der Zinnauflösung enthält, auf gleiche Weise. Von dieser Flasche führt man den langen Schenkel des letzten Glasrohrs in einen kleinen Glasballon oder in eine grosse cylinderartige Glasflasche, in welcher man Kalkmilch vorschlägt, zur Absorption des letzten von der Zinnsolution nicht verschluckten Chlors. Sodann werden sämmtliche Fugen und Oeffnungen mit Oelthonkitt verdichtet und mit Packleinwandstreifen überbunden, ausser der letzten Flasche, welche die Kalkmilch enthält und die man offen lässt, und ausser dem offen gebliebenen Loche in der auf dem Chlorentwickelungsgefässe liegenden Thonscheibe. Ohngefähr nach einer oder zwei Stunden, wenn der Kitt etwas angetrocknet ist, giesst man mittelst eines Trichters auf das in dem Ballon befindliche Braunstein- und Kochsalz-Gemenge, zuerst 3 bis 4 Pf. Wasser, und dann 60 Pf. Kammersäure zu 50° B., verschliesst

Fig. 91.



Digitized by Google

bindet fest mit Packleinwand, worauf man ein sehr gelindes Feuer gibt. Die sogleich beginnende Gasentwickelung wird gleichmässig fortgesetzt, und wenn in der Kalkmilch keine Blasen mehr emporsteigen, zieht man dasjenige Glasrohr, welches die erste oder Waschflasche mit der nächtsfolgenden, die grössere Menge Lauge enthaltend, verbindet, in die Höhe, so dass der längere Schenkel aus der Flasche heraustritt und die Communication der Flaschen mit dem Gasentwickelungsgefässe, ausser mit der Waschflasche aufgehoben wird, entfernt dann das Feuer, und lässt den Ballon zum Abkühlen in dem Sandbade stehen. Hierauf entfernt man die Leinwand und das Klebwerk von den beiden andern Flaschen, zieht die Röhren heraus, giesst die Lauge in irdene Schüsseln, und lässt dieselben bis zum nächsten Tage unbedeckt an einem vor Staub und Schmutz gesicherten Platze stehen, damit das prädominirende Chlor so viel als möglich verdunste. Die in der letzten Flasche befindliche Kalkmilch, welche Chlorsäure- und Chlorverbindung enthält, wird in das Lokal für Bereitung des chlorsauren Kalis abgegeben.

Das flüssige Zinnchlorid wird nun abgedampft, doch ehe das geschieht, hat man dasselbe auf einen Gehalt an Zinnchlorür zu untersuchen. In einer mit Wasser verdünnten, vollkommen chlorürfreien Zinnchloridsolution bringt hineingeleitetes Schwefelwasserstoffgas einen reingelben Niederschlag hervor, zieht derselbe aber in das Chocoladenfarbene oder Hellbräunliche, so ist noch Chlorür vorhanden, ebenso dürfen Goldchlorid und Quecksilberchlorid keine Veränderungen in der Chloridsolution bewirken; im entgegengesetzten Falle muss noch mehr Chlor hineingeleitet werden. Doch bei derjenigen Chlormenge, welche aus den angegebenen Gewichtsmengen der bezeichneten Materialien entwickelt und in die Zinnsalzsolution geleitet wurde, ist kein Chlorür mehr vorhanden. Die Zinnchlorid-Auflösung dampft man in irdenen Schüsseln im Sandbade oder in Glasretorten in Kapellen bei gelinder Wärme ein, bis sie anfängt, weisse Dämpfe auszustossen, setzt, im ersten Falle, die Schaalen gleich an einen kühlen Platz und, im andern wird die Lauge noch warm aus den Retorten in irdene Schüsseln gegeben und auch diese werden kalt gestellt. Nach dem vollständigen Erkalten wird die erstarrte Masse in Stücke zerbrochen

Digitized by Google

Salpetersalzsaure Zinnauflösung zu 50° B.

In einem Steintopfe, welcher 20 bis 24 Quart fasst, werden 16 Pf. Salzsäure von 24° und 8 Pf. Salpetersäure von 36° B., beide vollkommen eisenfrei, gegeben und mit einem Glasstabe tüchtig umgerührt; worauf man nach und nach und in sehr kleinen Portionen 6 Pf. zerkleinertes Zinn einträgt und darauf Acht hat, dass nicht eher Metall wieder hinzugesetzt wird, bis die letzte Portion aufgelöst worden ist, weil im Vernachlässigungsfalle leicht ein schlammiger Bodensatz entsteht, welcher sich in der Flüssigkeit nachher nicht wieder auflöst. Man erhält $23\frac{3}{4}$ Pf. einer klaren gelblichgefärbten Solution von 50° B.

Scharlachcomposition oder Rosasäure zu 46° B.

Man löst 10 Pf. Zinn in einem Gemisch von 20 Pf. eisenfreier Salzsäure zu 24° B. und 40 Pf. gleichfalls eisenfreier Salpetersäure zu 36° B., unter den im vorigen Artikel angegebenen Vorsichtsmaassregeln, auf. Gewöhnlich wurde diese Auflösung in 5 Flaschen gemacht, so dass in einer jeden ein Gemisch von 4 Pf. Salzsäure und 8 Pf. Salpetersäure sich befand, in welchem man 2 Pf. Zinn, jedesmal in sehr geringer Menge eintragend, auflöste Da bei der geringsten Erwärmung sich gar zu leicht Zinnoxydhydrat bildet, die Flüssigkeit trübt und sich darauf als gelatinöser Schlamm abscheidet, wurden die Flaschen in mit kaltem Wasser gefüllte irdene Schüsseln gestellt. Man erhielt 68 Pf. einer klaren gelblich gefärbten Rosasäure zu 46° B.

Zinnsolution für Cochenille zu 32° B.

In zwei Flaschen mit weiten Mündungen gibt man, in eine jede 5 Pf. destillirtes Wasser und $\frac{3}{4}$ Pf. reinen krystallisirten Salmiak; wenn derselbe aufgelöst ist, werden 5 Pf. eisenfreie Salpetersäure zu 36° B. hinzugefügt. Man stellt die Flaschen in mit kaltem Wasser gefüllte irdene Schüsseln und trägt allmälig und in sehr kleinen Portionen $2\frac{1}{4}$ Pf. zerkleinertes Zinn in jede Flasche ein. Die erhaltene Solution, welche wasserhell sein muss, hat eine weingelbe Farbe und das Gewicht derselben aus beiden Flaschen, beträgt, bei einer Stärke von 32° B., $22\frac{3}{4}$ Pfund.

Digitized by Google

Ammonium-Zinnchlorid.

$NH_4 Cl + Sn Cl_2$.

(Pinksalz; Stannum bichloratum ammoniatum; Deutochlorure d'étain et d'ammonium; Deutochloride of tin and ammonium, Pink-salt.)

Im krystallisirten Zustande erhält man dasselbe, wenn 1 Pf. Salmiak in 2 Pf. einer 50 grädigen, aus Zinnchlorür und Chlor dargestellten, Zinnchloridsolution gelöst und die Auflösung zum Krystallisationspunkte langsam verdunstet wird.

Meistens bringt man das Pinksalz als Pulver in den Handel und, da dasselbe in nicht unbedeutenden Quantäten verlangt wird, gewinnt man es in dieser Form einfach folgendermaassen.

Von dem aus 30 Pfund Zinnchlorür erhaltenen Zinnchlorid (-Hydrat) wiegt man, ehe dasselbe — was unnütz sein würde — in Versandgefässe gegeben wird, bestimmte Mengen in einige, am besten mit runden Böden versehene irdene Schüsseln ab, in eine jede 3 bis 4 Pfund, setzt sie auf eine nicht zu warme Stelle des Sandbades oder auf einen warmen Kapellenofen; sobald das Hydrat zerflossen, fügt man ebensoviel feingestossenen trocknen Salmiak hinzu, als Zinnchlorid genommen worden war, und vermischt beide Salze gleichförmig durch Umrühren und Umstechen mit einem porcellanenen oder steinzeugenen Pistill und einem aus trocknem Buchenholz gefertigten Spatel. Das gleichförmige Pulver wird in tarirte weitmündige Glasflaschen oder in Gefässe von Steingut gegeben und, wenn dieselben ganz damit angefüllt sind, werden sie gut verkorkt und verpicht oder mit Blase verbunden.

Das krystallisirte Pinksalz bildet farblose Octaëder, das pulverförmige Salz hat eine milchweise Farbe. Es löst sich in 3 Th. Wasser bei einer Temperatur von 15° C.; die Auflösung kann ohne Veränderung gekocht werden, wird aber eine verdünnte Auflösung gekocht, so fällt Zinnoxydhydrat nieder.

Digitized by Google

Schwefelsaures Zinnoxydul.

$$SnO + SO_3 + x\,HO.$$

(Stannum [oxydulatum] sulphuricum; Protosulphate d'étain; Sulphate of tin.)

Dieses Salz wird durch Auflösen des metallischen Zinns in wenig verdünnter Schwefelsäure, unter Anwendung von Wärme erhalten, wobei sich schwefligsaures Gas, Wasserstoff- und Schwefelwasserstoffgas entbinden und Schwefel niederschlägt. Man kann dasselbe auch durch Auflösen des Oxydulhydrats in verdünnter Schwefelsäure darstellen.

4 Pf. Zinnsalz wurden in 2 Pf. destillirtem Wasser gelöst und mit einer warmen kohlensauren Natronauflösung so lange versetzt als, unter Aufbrausen von entweichender Kohlensäure, noch ein Niederschlag hervorgebracht wurde, den man mit destillirtem Wasser auswusch. Nach vollständigem Auswaschen nahm man denselben in der hinreichenden Menge verdünnter Schwefelsäure auf (1 Th. Säure zu 1,840 sp. Gew. und 5 Th. destill. Wasser), filtrirte und dampfte zur Krystallisation ab. Von 4 Pfund Zinnchlorür, 6 Pf. kohlensaurem Natron und 1¼ Pf. concentr. Schwefelsäure wurden 2 $\frac{9}{16}$ Pf. krystallisirtes schwefelsaures Zinnoxydul erhalten.

Dasselbe schiesst in farblosen, zarten, nadelförmigen Krystallen an, löst sich leicht in Wasser, zieht dasselbe aus der Luft an, zerfliesst, wird durch Glühen zersetzt und hinterlässt Zinnoxyd.

An dieses Präparat dürften sich die drei folgenden »Artikel für Färber« am besten anreihen, weil die Schwefelsäure einen Hauptbestandtheil derselben ausmacht.

Krystallisirtes schwefelsalzsaures Zinnoxydul.

$$Sn\,O,\,SO_3 + Sn\,Cl + x\,HO.$$

10 Pf. zerkleinertes Zinn werden in eine grosse irdene Schüssel gegeben und mit 25 Pf. eisenfreier Salzsäure zu 21 bis 22° B. übergossen; man erwärmt gelinde im Sandbade und fügt nach einiger Zeit unter Umrühren mit einem Glasstabe 2 Pf. gewöhn-

Nach dem vollständigen Auflösen des Zinns lässt man absetzen, giesst die klare Lauge in eine leere Schüssel, filtrirt den Rückstand in einem gläsernen Trichter durch Baumwolle, dampft die Flüssigkeit in der Schüssel oder in einer Retorte zur Krystallisation ab und setzt sie an einen kühlen Ort. Sobald die Lauge vollständig erkaltet ist, wird sie von den ausgeschiedenen Krystallen abgegossen und weiter verdunstet; das Salz sammelt man auf einem gläsernen oder irdenen Trichter und trocknet es auf irdenen Sieben in gelinder Wärme.

Man erhielt von 10 Pf. und den angegebenen Säuremengen 18½ Pf. trocknes schwefelsalzsaures Zinnoxydul. Dasselbe krystallisirt in Nadeln und hat im Aeussern die grösste Aehnlichkeit mit dem Zinnchlorür.

Schwefelsalzsaure Zinnauflösung zu 50° B.

In 5 irdene Schüsseln werden, in eine jede 9 Pf. Zinn und 26 Pf. eisenfreie Salzsäure von 21 bis 22° B. gegeben und im Sandbade gelinde erwärmt, worauf man, unter Umrühren mit einem Glasstabe, einem jeden Ansatze 2 Pf. 66grädiger Schwefelsäure in einem dünnen Strahle hinzufügt. Wenn sämmtliches Zinn aufgelöst ist, lässt man die Flüssigkeit sich setzen, giesst sie klar ab und filtrirt den geringen Rückstand durch Baumwolle. Man erhielt 167 Pfund einer klaren und ungefärbten Solution von 50° B.

Lac-dye-Composition zu 42° B.

Diese Auflösung unterscheidet sich von der schwefelsalzsauren Zinnsolution nur dadurch, dass sie mehr Schwefelsäure enthält und verdünnter ist als jene. — 45 Pf. Zinn werden in 130 Pf. eisenfreier Salzsäure zu 21 bis 22° B. und 30 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. aufgelöst. Die erhaltene Auflösung verdünne man mit klarem Wasser zu 42° B.; man erhält 250 Pf. einer ungetrübten und ungefärbten Solution.

Digitized by Google

Salpetersaures Zinnoxydul.

$SnO + NO_5 + xHO$.

(Stannum [oxydulatum] nitricum; Protonitrate d'étain; Nitrate of tin.)

In einer irdenen Schüssel werden 9 Pf. Zinnsalz in 5 Pf. reinen Wassers bei gelinder Wärme aufgelöst; die Auflösung giesst man in einen grossen Topf von Steingut, welcher von 24 bis 30 Quart Wasser fasst, und fügt so lange von einer heissen concentrirten kohlensauren Natronlauge hinzu, als noch Niederschlag entsteht, worauf man den Topf mit Wasser füllt, umrührt, den Niederschlag sich setzen lässt und nach und nach aussüsst. Wenn derselbe vollständig mit Wasser ausgewaschen worden ist, bringt man ihn auf ein leinenes Tuch, lässt das anhängende Waschwasser abtropfen, gibt ihn in eine irdene Schaale, löst ihn in der Kälte in so viel reiner Salpetersäure von 1.20 sp. G. (= 25° B.), die man mit ¼ ihres Gewichts destillirtem Wasser verdünnt hatte, auf, als dazu eben ausreicht, und vermischt die Auflösung mit Wasser zu einer Stärke von 36° B. (= 1,33 sp. G.)

Zu 9 Pf. Zinnsalz wurden 14 Pf. kohlensaures Natron und 16½ Pf. reine Salpetersäure von der angegebenen Dichtigkeit erfordert und man erhielt 36 Pf. Solution.

Salpetersaures Zinnoxydul kann nicht im trocknen oder im krystallisirten Zustande dargestellt werden, sondern dasselbe kann nur als Auflösung bestehen. Sie ist gelblich gefärbt, darf nicht erhitzt und abgedampft werden, weil sonst Zinn als Oxydhydrat sich abscheidet. Sie ist auf Schwefelsäure, Salzsäure, Eisen zu untersuchen.

Digitized by Google

Basisch salpetersaures Wismuthoxyd.

$$4BiO_3 + 3NO_5 + 9HO.$$

(Wismuthweiss, Spanisches Weiss, Weisse Schminke, Wismuthniederschlag; Bismuthum oxydatum nitricum basicum, Bismuthum oxydatum nitricum oxydo excedente, Bismuthum subnitricum praecipitatum, Album bismuthi, Album hispanicum, Marcasita alba hispanica, Magisterium bismuthi; Sousnitrate de bismuth, Magistère de bismuth, Blanc de fard; Subnitrate of bismuth, Magistery of bismute, Pearl powder.)

Man gebe in einen kurzabgesprengten 20 bis 22 Quart haltenden Glaskolben 20 Pf. reine Salpetersäure von 25° B. (=1,20 sp. Gew.), setze denselben zur Vorsicht auf einen in einer grossen irdenen Schüssel liegenden Strohkranz, und trage nach und nach in linsen- bis erbsengrosse Stückchen zerstampftes Wismuth hinein, wobei man darauf zu sehen hat, dass nicht eher eine neue Portion in die Säure gegeben werde, bis die vorige sich aufgelöst hat. Sobald eine lebhafte Einwirkung nicht mehr bemerkt wird, stelle man den Kolben auf eine mässig warme Stelle des Sandbades und fahre mit dem allmähligen Eintragen des zerkleinerten Wismuths so lange fort, bis die Flüssigkeit nicht auflösend mehr auf dasselbe einwirkt, sondern mit einem weissen Pulver beschlagen wird, was als ein Zeichen der Sättigung anzusehen ist. Hierauf entferne man den Kolben vom Sandbade, setze ihn zurück auf den Strohkranz, in die irdene Satte, vermische die Auflösung mit 5 Quart (10 Pf.) erwärmtem destillirtem Wasser und lasse bis zum nächsten Tage ruhig stehen. Die gelbgrün gefärbte Solution filtrire man in einem gläsernen Trichter durch Baumwolle, auf die Weise, dass man in die Trichterröhre von oben einen Glasstöpsel umgekehrt hineinsteckt, dann eine Wulst vorher gezupfter Baumwolle auflegt und diese mit einigen anderen Glasstöpseln beschwert. Sodann füllt man eine 5 bis 6 Pf. Wasser fassende Flasche mit der abgeklärten Flüssigkeit und lässt sie in einem dünnen Strahle durch die Baumwolle laufen, wodurch die in derselben schwimmenden grauen Flocken (Schwefel, vom Schwefelwismuth des angewandten Metalls herrührend) auf der Oberfläche des Baumwollewulstes zurückgehalten werden. Ist die ganze Solution bis auf den Bodensatz klar durchfiltrirt worden, dann setze man den Trichter auf eine andere Flasche und spühle den Bodensatz im Kolben, aus unaufgelöstem Metall und Schwefelschlamm bestehend,

Digitized by Google

mit etwas der Auflösung auf denselben, giesse die zuerst durchgelaufene Flüssigkeit zurück und wiederhole dies bis sie klar abgeht. Die ganze, klarfiltrirte Flüssigkeitsmenge vertheile man in zwei grosse Flaschen mit engen Mündungen und giesse sie in einem dünnen Strahle, und unter beständigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, in 13 Eimer (156 Quart) so kalt als möglich gehaltenes destillirtes Wasser, welches sich in einem aus möglichst astfreiem Fichten- oder besser aus Pappelholz gefertigten, etwa 15 bis 16 Eimer fassenden Bottich befindet. Sobald sämmtliche Wismuthauflösung eingetragen ist, entferne man das Rührholz und überlasse den Bottichinhalt der Ruhe; wenn der weisse Niederschlag sich gesetzt hat, ziehe man die über demselben stehende saure Flüssigkeit mittelst eines mit destillirtem Wasser gefüllten Glashebers ab, oder schöpfe sie mit einem porcellanenen oder irdenen Topfe schnell aus und giesse dieselbe in einen andern Bottich von 25 bis 30 Eimer Inhalt. Den weissen Brei sammle man auf einem über einen niedrigen, breiten Filtrirbock gespannten weissen Tuche von nicht zu dichter Leinwand. Nachdem die anhängende Flüssigkeit abgetropft ist, nehme man den Niederschlag mittelst einer reinen aus Pappelholz gefertigten Handschaufel ab — welche, wie auch das Präcipitirgefäss und das Rührholz eigens nur für diese Arbeit gebraucht werden dürfen —, gebe ihn in den Bottich zurück, rühre denselben mit 10 bis 12 Quart destillirtem (kaltem) Wasser an und bringe ihn wieder auf das Filtrum. Nach abermaligem Ablaufen der anhängenden Flüssigkeit spühle man den Bottich noch mit 2 bis 3 Quart reinem Wasser um, gebe dasselbe auf den Niederschlag, breite, wenn durchaus nichts mehr abtropft, ihn auf mehrfach zusammengelegtem, auf Horden liegendem Druckpapier aus, und trockne denselben, locker mit Papier bedeckt, in sehr gelinder Wärme, an einem vor Staub und Schwefelwasserstoffgas geschützten Orte. Das trockne Präparat bewahre man in wohlverschlossenen Stöpselgläsern mit weiten Mündungen.

In 20 Pf. reiner Salpetersäure von 25 ° B. lösten sich im Durchschnitt $5\frac{1}{16}$ Pf. Wismuth auf und man erhielt zwischen $5\frac{1}{16}$ bis $5\frac{5}{16}$ Pf., im Mittel $5\frac{3}{16}$ Pf. Wismuthweiss.

Die nach der Präcipitation des basischen Salzes hinterbliebene saure Auflösung zersetze man durch Kalkmilch, Aetznatron oder durch kohlensaures Natron. Im ersteren Falle giesst man

bei Anwendung von Natron aber kocht man dieselbe mit jener Lauge gemeinschaftlich ein, die man durch Auswaschen der Salpetersäcke erhält (m. s. die Artikel »Aetznatron und Salpetersäure«). Die Ausbeute des getrockneten Oxydes betrug zwischen 15 bis 18 Unzen, im Mittel 1 Pfund.

In chemischen Lehrbüchern wird vorgeschlagen, dieses Oxyd wieder in Salpetersäure aufzulösen und zur Darstellung des basisch-salpetersauren Salzes zu benutzen; ich habe das oftmals versucht, jedoch äusserst selten ein gutes Präparat daraus erhalten und die Benutzung des Oxydes, auf diese Weise, aufgegeben. Besser, man sammelt die desfallsigen getrockneten Niederschläge, und wenn im Laufe von 9 bis 12 Monaten, 7 bis 9 Pfund Oxyd vorräthig waren, reducirte man dasselbe zu Metall. Acht Pfund zu Pulver zerriebenes Oxyd werden mit $\frac{3}{4}$ Pf. Pottaschenkali und 1 Pf. gepulvertem rohem Weinstein innig gemengt; dieses Gemenge drücke man in einen mit Lehm und Rossäpfeln oder Kuhhaaren beschlagenen hessischen Rothgiesser fest ein, bedecke dasselbe mit einer dünnen Lage Kohlenpulver, lege einen Deckel auf, verkitte sorgsam mit obigem Cement, lasse an einer Seite eine kleine Oeffnung, stelle den Tiegel in einen gutziehenden Ofen und unterhalte $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$ Stunden starke Rothglühhitze. Nach dem Erkalten erhielt man einen gut geflossenen dichten Metallklumpen von $6\frac{5}{8}$ Pf. Gewicht, welcher ausser einer sehr geringen Menge Kupfer vollkommen frei sich zeigte von anderen Metallen.

Basisch salpetersaures Wismuthoxyd bildet ein blendend weisses, silberglänzendes, krystallinisches Pulver, welches unter dem Vergrösserungsglase aus seidenartig glänzenden Nadeln zusammengruppirt erscheint, und dessen Farbe am Sonnenlichte nicht im Mindesten verändert wird. Es hat weder Geruch noch Geschmack, löst sich ein wenig in Wasser auf, wodurch das letztere saure Reaction annimmt, das Präparat selbst aber noch mehr Oxyd in seiner Mischung erhält, als es vorher hatte. — Dasselbe ist der Fall, wenn das frisch niedergeschlagene basisch salpetersaure Oxyd zu lange und zu oft mit Wasser behandelt wird; denn fuhr man mit dem Aussüssen zu lange fort, dann erhielt man von 5 bis $5\frac{1}{8}$ Pf. Metall, anstatt $5\frac{1}{16}$ bis $5\frac{3}{16}$ Pf., nur $4\frac{1}{4}$ bis $4\frac{1}{2}$ Pf. trocknes basisch-salpetersaures Wismuthoxyd. — In ver-

Digitized by Google

dünnter Salpetersäure löst es sich leicht und ruhig auf; in der Hitze wird es erst gelb, dann braun, wobei Salpetersäure und Wasser entweichen, beim Erkalten verschwindet die braune Farbe wieder und es hinterbleibt reines (gelbes) Oxyd. Dasselbe ist zu untersuchen auf Salzsäure, Schwefelsäure, Blei, Eisen, Kupfer, Silber, Antimon, Arsen, Schwefel und auf die absichtlichen Verfälschungen mit kohlensaurem Wismuthoxyd, kohlensaurem und schwefelsaurem Kalk (und Stärke).

Wismuthauflösung für Färber zu 50° Beck.

Hin und wieder wurde eine solche Solution, in Mengen von 20 bis 30 Pfunden, verlangt und bereitete man dieselbe dadurch, dass in gewöhnlichem, in Glasretorten destillirtem Scheidewasser von 36° Beaumé, etwas Schwefelsäure und Salzsäure enthaltend, aber frei von Eisen, zerkleinertes Wismuth auf die oben angegebene Weise bis zur Sättigung aufgelöst, und die darauf filtrirte Flüssigkeit mit destillirtem oder Regenwasser zu 42 ° Beaumé = 50° Beck oder von 1,414 sp. G. verdünnt wurde. Dieselbe bildet eine ungetrübte, gelbe oder grünlichgelbgefärbte Flüssigkeit.

Kupferchlorid.

Cu Cl + 4 HO.

(Salzsaures Kupferoxyd; Cuprum bichloratum, Cuprum muriaticum; Deutochlorure de cuivre cristallisé, Deutomuriate ou D.-hydrochlorate de cuivre; Perchloride of copper, Permuriate or Deutohydrochlorate of copper.)

Zur Darstellung des Kupferchlorids wendet man Königswasser und Kupferfeile oder Kupferschnitzeln an; mit Vortheil kann man sich dazu jenes Cementkupfers bedienen, welches man aus der eisenchlorürhaltigen Mutterlauge von der Bereitung des Glaubersalzes aus Eisenvitriol und Kochsalz, mittelst metallischen Eisens

Die Kupferbeitze der Färber ist eine Auflösung des Kupferchlorides. Man löst metallisches Kupfer in denselben Säureverhältnissen auf, wie oben angegeben, lässt indess den Zusatz von Wasser weg, und wenn die Solution in grösseren Mengen verlangt wird, bedient man sich, statt des gläsernen Kolbens, grosser Steintöpfe, die im Sommer im Freien, im Winter in einem warmen Lokale stehen. Man verdunstet die klare Lauge in irdenen Schüsseln im Sandbade so weit, dass eine erkaltete Probe, bei einer Temperatur von 15 ° C. eine Stärke von 40 ° B. zeigt und gibt die Kupferbeitze in Schraubflaschen von Steingut ab, welche verpicht werden.

Kupferoxydul.

Cu O.

(Cuprum oxydulatum; Protoxide de cuivre, Protoxide, or Suboxide, or Red oxide of copper.)

Man löst 4 Pfund Kupfervitriol und 4 Pfund Milchzucker in 20 Quart destillirten Wassers, im silbernen Kessel, in der Wärme auf und gibt die Auflösung in einen Steintopf. Nach dem vollständigen Erkalten derselben setzt man so lange Aetznatronlauge hinzu, bis der entstandene grünliche Niederschlag sich vollkommen wieder aufgelöst hat. Die klare, dunkelblaue Solution wird im silbernen Kessel über schwachem Kohlenfeuer (oder im Wasser- oder Sandbade in einer porcellanen Schaale) unter beständigem Umrühren zum leichten Sieden erhitzt und dies etwa 2 Stunden oder überhaupt so lange unterhalten, bis die zuerst graugrünlich gewordene, trübe Flüssigkeit mehrere Farbennüancen durchlaufen, endlich beinahe zinnoberroth erscheint. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann wird das Gefäss aus der Wärme entfernt; man lässt den Niederschlag sich setzen, decantirt die gelbe Flüssigkeit, wäscht ihn sorgfältig mit Wasser aus, trocknet ihn in nicht zu starker Wärme, so schnell als möglich, und bewahrt ihn in

Digitized by Google

wandten 4 Pf. reinen Kupfervitriols und 4 Pf. Milchzucker wurden 12½ Pfund Aetznatronlauge zu 36° B. verbraucht und es wurde 1⅛ Pf. Kupferoxydul erhalten.

Das Kupferoxydul erscheint als ein krystallinisches schön karmoisin- oder cochenillrothes, oder als ein amorphes hellkupferrothes Pulver. Es gibt mit Säuren theils farblose neutrale, theils bräunliche basische Salze, die sich in Aetzammoniak zu farblosen Flüssigkeiten auflösen, so lange die Luft keinen Zutritt hat, sogleich aber blau sich färben, wenn sie mit dem Sauerstoff derselben in Berührung kommen (m. s. den Artikel »Aetzammoniak«). Kupferoxydul ist auf Kupferoxyd zu prüfen; im Falle es durch dasselbe verunreinigt ist, besitzt es eine schmutzige graue oder ins Schwärzliche spielende Farbe.

Kupferoxyd.

Cu O.

(Cuprum oxydatum; Deutoxide de cuivre; Peroxide or black oxide of copper).

Zehn Pfund kohlensaures Kupferoxyd werden in einen hessischen Tiegel (Rothgiesser) fest eingedrückt, den man darauf mit einem aus derselben Masse gearbeiteten Deckel bedeckt, in einen gutziehenden Ofen einsetzt, nach und nach durch Holzkohlenfeuer erhitzt und zuletzt ¾ Stunden lang roth glüht. Das gewonnene Kupferoxyd wird vor dem völligen Erkalten aus dem Tiegel genommen und in einer wohlverschlossenen Glasflasche aufbewahrt. Es wurden 6⅝ Pf. schwarzes Kupferoxyd erhalten.

Dasselbe lässt sich auch aus dem salpetersauren Salze durchs Glühen darstellen, nur erhält man das Präparat in diesen Fällen nicht als ein lockeres Pulver, sondern als ein schweres. Zu diesem Behufe erhitze man einen hessischen Tiegel zum Rothglühen,

Digitized by Google

trage löffelweise das trockne Salz ein, gebe nicht eher eine neue Portion nach bis das jedesmal stattfindende Aufschäumen aufgehört hat und lasse, wenn sämmtliches Salz eingetragen ist, noch 1 Stunde hindurch rothglühen. Es wurden aus 10 Pf. salpetersaurem Kupferoxyde 4 Pf. Oxyd gewonnen.

Reines Kupferoxyd ist ein schwarzes Pulver und zwar, das aus dem kohlensauren Salze leicht und locker, aus dem salpetersauren Salze schwer und dicht. Es löst sich leicht in Säuren auf, und gibt grüne oder blaue Auflösungen, die durch überschüssiges Ammoniak tief lasurblau werden. Es kann durch Eisenoxyd verunreinigt sein.

Basisch kohlensaures Kupferoxyd.

$$2\ Cu\ O + CO_2 + HO.$$

(Halbkohlensaures Kupferoxydhydrat; Cuprum [oxydatum] carbonicum basicum, Cuprum [oxydatum] subcarbonicum; Carbonate ou Souscarbonate de cuivre Subcarbonate or Carbonate of copper.)

In einem 30—40 Eimer Wasser fassenden Bottich löse man 50 Pf. reinen Kupfervitriol in 18 bis 20 Eimer (216 bis 240 Quart) destillirtem oder klarem Regenwasser auf und setze so lange von einer kalten schwefelnatrium- und eisenfreien Auflösung des kohlensauren Natrons von 18 bis 20° B. hinzu, als noch ein Niederschlag hervorgebracht wird. Man lasse denselben sich setzen, ziehe die klare Lauge ab, gebe ihn sodann auf Spitzbeutel, um sämmtliche Lauge zu entfernen (— welche man in die Lokale für Glaubersalzgewinnung abgibt —), bringe ihn zurück in den Bottich und rühre ihn mit 10 bis 12 Eimer reinen Wassers an. Sobald sich der Niederschlag wieder gesetzt hat, zieht man das Waschwasser ab, gibt den Präcipitat auf Spitzbeutel und süsst auf denselben so lange mit destillirtem Wasser aus, bis die Flüssigkeit nicht mehr durch Barytsalzauflösung getrübt wird. Nachdem alles Wasser abgetropft ist, bringt man den Niederschlag auf

mit Papier belegte Horden, trocknet ihn in gelinder Wärme und bewahrt ihn, vor Schwefelwasserstoff-Ausdünstungen geschützt, in Glasflaschen auf.

Zur Zersetzung der angewandten 50 Pf. blauen Vitriols wurde eine 54 Pf. krystallisirter Soda entsprechende Auflösung gebraucht, und man erhielt $24\frac{1}{8}$ Pf. kohlensaures Kupferoxydhydrat.

Das basisch kohlensaure Kupferoxyd bildet ein schönes, hellgrünes, lockeres Pulver, welches geruch- und geschmacklos und in Wasser unlöslich ist; es löst sich in Säuren unter Aufbrausen auf, und ist auch in Aetzammoniak leicht löslich. In der Hitze entbindet es Wasser und in der Glühhitze hinterlässt es, unter Ausgabe seiner Kohlensäure, Kupferoxyd.

Reines kohlensaures Kupferoxyd ist zu untersuchen: auf schwefelsaures Natron, Kochsalz, Eisen- und Zinkoxyd.

Bremergrün.

Cu O + HO.

(Bremerblau; Viride bremense, Coeruleum bremense; Bleu ou Vert de Brème du commerce; Bremen Blue or Bremen Green.)

Das Ansetzen der Farbe geschieht in hölzernen (oder besser steinernen) Trögen von 6′ Länge, 4′ Breite und 12″ Höhe. — Hundert Pfund Kupferblech, das möglichst dünn und in Stücke von der Grösse eines Pfennigs geschnitten sein muss (Kupferschnitzeln aus den Münzstätten), werden in einem solchen Troge mit 120 Pf. Kochsalz gemischt. Dann bereitet man sich eine verdünnte Schwefelsäure, womit man dieses Gemenge benetzt. 40 Pf. Schwefelsäure von 66° B. und 25 Pf. Wasser reichen hin, um 100 Pf. Kupferschnitzeln zu zerfressen. Das Benetzen geschieht am besten aus einer bleiernen Giesskanne mit Brause,

Digitized by Google

und zwar einmal täglich; es darf nicht eher erneuert werden, bevor das Gemenge nicht ziemlich ausgetrocknet ist. Im Anfange der Arbeit trocknet es schwer und man darf während der ersten Woche nur etwa 1 Pf. der verdünnten Säure jedesmal nehmen; nacher aber geht das Trocknen besser von Statten, so dass man dann 2, auch wohl 3 Pf. jedesmal nehmen kann. Luftzug und Wärme befördern natürlich das Austrocknen des Gemenges; gegen das Ende dieser Arbeit kann man mehrere Male im Tage anfeuchten.

Ist die angegebene Menge der Säure verbraucht und das Gemenge gehörig ausgetrocknet, so bringt man das Ganze in einen kleinen Tubben (Kübel) und giesst Wasser darüber. Dies wird mit einem Spatel tüchtig durchgerührt; dadurch löst sich die Farbe von den Kupferschnitzeln ab und schwimmt in dem Wasser. Man giesst sie durch ein feines Sieb oder einen kupfernen Durchschlag in einen daneben stehenden grossen Tubben, welcher mit mehreren Zapflöchern versehen ist, und wiederholt das Uebergiessen der Kupferschnitzeln mit Wasser und das Durchrühren damit so lange, bis sämmtliche Farbe sich abgelöst hat, worauf man die sämmtlichen Flüssigkeiten in den grossen Tubben giesst. Das zurückbleibende Kupferblech dient zu einem neuen Ansatze.

Hat die Farbe sich gelagert, so lässt man die überstehende Flüssigkeit durch ein Zapfloch ablaufen, giesst frisches Wasser auf die Farbe und wiederholt dies Aussüssen so lange, bis das Wasser nicht mehr gefärbt erscheint. Da die Farbe sich schnell setzt, so kann dies Aussüssen in 4 Tagen füglich geschehen sein. Das erste Aussüssewasser hält ziemlich viel Kupfer aufgelöst und wird nebst dem zweiten in einem grossen Bottich aufgehoben, wovon weiter unten; die übrigen Waschwasser lässt man fortlaufen.

Dies basische Kupfersalz muss durch Aetzkalilauge in Kupferoxydhydrat umgewandelt werden. Man bereitet sich dazu eine frische Aetzkalilauge von roher Pottasche, welche ein specifisches Gewicht von 1,110 bis 1,125 haben muss, d. i. zwischen 15 bis 16° B., aber nicht stärker sein und auch durchaus keine Kohlensäure enthalten darf. Nachdem sie völlig erkaltet ist, schüttet man die Farbe, von welcher das Wasser so rein als möglich abgelassen ist, in die Aetzlauge — aber, unter keinerlei Um-

ständen, umgekehrt, — rührt das Ganze mit dem Spatel tüchtig durch und lässt etwa 2 bis 3 Minuten stehen. Auf die vorgeschriebene Menge wird man etwa 6 Eimer (= 72 Quart) Aetzlauge gebrauchen; jedoch muss die Menge der anzuwendenden Lauge nach der Schönheit der Farbe bestimmt werden. Scheint gedachte Menge nicht hinreichend, so muss man schnell noch eine Portion Lauge zusetzen, doch nicht in die Mitte des Farbenbrei's giessen, sondern am Rande des Bottichs hinablaufen lassen, während dessen stets umgerührt werden muss. Im Allgemeinen wird die Farbe um so schöner, je mehr Aetzlauge man nimmt, doch kann man sie auch durch ein Uebermaass davon verderben. Das beste Verhältniss dabei schien mir stets in der Anwendung von $7\frac{1}{4}$ bis $7\frac{1}{2}$ Eimer Lauge zu 16° B. (= 1,125 sp. G.) zu liegen; der Eimer Lauge zu 16° B. wiegt 29 Pfund.

Jetzt übergiesst man die Farbe sogleich mit vielem Wasser, rührt das Ganze durch, lässt die Farbe sich setzen und süsst sie dann vollends aus. Dann bringt man sie auf einen Beutel, lässt das Wasser ablaufen und trocknet sie auf mit Papier belegten Horden ohne alle Anwendung von Wärme, und an einem Orte, der allen, besonders aber Schwefelwasserstoff-Ausdünstungen, und auch schwefeligen Dünsten unzugänglich sein muss.

Die Güte der Farbe besteht in ihrer besonderen Leichtigkeit, lebhaftem Teint und grosser Deckkraft; sie darf sich durchaus nicht rauh anfühlen lassen.

Von dieser besten Sorte »Bremgrün Nro. 1« erhält man von 100 Pf. Kupferschnitzeln nicht mehr als von 100 bis 110 Pfund; sie ist fast reines Kupferoxydhydrat und enthält nur wenig CO_2.

Die geringeren Sorten der Farbe werden auf die Weise erhalten, dass man in den beiden ersten Wassern, welche man durch das Waschen des basischen Kupfersalzes erhalten und zurückgestellt hatte, 50 oder 100 Pf. reinen Kupfervitriol in einem kupfernen Kessel oder in einer bleiernen Pfanne auflöst und die Auflösung in einen Bottich gibt, in welchem man dieselbe erkalten lässt. Nach dem völligen Erkalten setzt man, unter beständigem Umrühren, so viel einer 30grädigen (= 1,260 sp. G.) Aetznatronlauge hinzu, bis dieselbe fast unmerklich vorsteht, lässt absetzen, zieht die klare Flüssigkeit ab, füllt den Bottich ganz mit kaltem Wasser wieder an und wiederholt dieses Aussüssen so lange, bis

Digitized by Google

Barytsolution nur noch geringe Trübung in dem Waschwasser verursacht. Hierauf setzt man dem bläulichen Brei entweder frischgekochten Magnesiabrei hinzu, oder von dem ersten Abputz der kohlensauren Magnesia, welchen letzteren man vorher schon mit Wasser angerührt und durch ein feines Haarsieb abgeschlämmt hatte. Grössere oder geringere Magnesiazusätze geben die übrigen und billigeren — natürlich auch helleren — Sorten des Bremergrüns. Diese Sorten sind demnach Cu O, HO + 3 (Mg O, CO_2 + HO) + (Mg O + HO).

Nachdem die aufgeweichte Magnesia, oder die frischgekochte, dem Kupferoxydhydrat zugesetzt ist, wird Alles tüchtig durcheinander gerührt und der dünne Brei auf Spitzbeutel gegeben; sobald sämmtliches Wasser abgetropft ist, bringt man die Farbe auf Horden und trocknet unter denselben Vorsichtsmaassregeln, welche oben angegeben worden sind.

Schwefelsaures Kupferoxyd.

Cu O, SO_3 + 5 HO.

(Kupfervitriol, Blauer oder Cyprischer Vitriol, Blauer Galitzenstein; Cuprum [oxydatum] sulphuricum, Vitriolum caeruleum, V. cupri V. de Cypro seu veneris; Sulfate ou Deutosulfate de cuivre, Vitriol de Chypre, V. de cuivre, V. bleu; Sulphate of copper, Blue vitriol.)

Der reine Kupfervitriol wird fabrikmässig meistens wohl aus künstlich dargestelltem Schwefelkupfer bereitet, und auf diese Weise habe auch ich denselben in ansehnlichen Mengen gewonnen.

Als ich die Bereitung dieses Artikels mit übernommen hatte, machte man in einem Calcinirofen, welcher von beiden Seiten gefeuert wurde, dessen Heerd 9′ lang und 4′ breit war, Gahrkupfer — und auch Kupferbleche von $\frac{1}{8}$″ Stärke — glühend, unterbrach dann den Zug durch Hineinschieben des Dämpfers und brannte grobzerstossenen Schwefel, dünn auf dem glühenden

Metall ausgestreut, darauf ab. Alsdann öffnete man den Zug wieder und verwandelte das erzeugte Schwefelmetall durch Calcination in schwefelsaures Oxydul und Oxyd. Die Kupferstücke wurden mittelst eines dicken kupfernen Hakens, so weit als möglich aus dem Ofen vor- und auf einen runden kupfernen Rahmen oder Ring gezogen, welcher mit einem nahe am Ofen angebrachten Flaschenzuge in Verbindung stand, darauf etwas hoch gewunden und dann senkte man den Rahmen, mit den Kupferstücken beschwert, in einen niedrigen, halb mit Wasser angefüllten Kübel; solcher Kübel hatte man sechs Stück. Der Ofen wurde aufs Neue mit Gahrkupfer oder Kupferplatten besetzt und ebenso fortgefahren; der zweite Ofenauszug kam in den zweiten Kübel. Nach 5 — 6 stündigem Stehen zog man den ersten Rahmen mit dem aufliegenden Kupfer etwas in die Höhe, klopfte und kratzte den etwa noch anhängenden Beschlag mit einer kupfernen Schabe ab und — in den Kübel, und brachte das Kupfer selbst mittelst des Flaschenzuges in den Ofen zurück, woselbst es wieder glühend gemacht und Schwefel darauf abgebrannt ward; auf diese Weise arbeitete man ununterbrochen oder — nach Gefallen fort. Nach zweimaligem Herausziehen der Kupferstücke aus dem Kübel, d. i. wenn die Flüssigkeit mindestens 5° B. hat, — ist sie schwächer, dann muss nochmals heisses Schwefelkupfer aus dem Ofen darin abgeschreckt werden — bringt man dessen Inhalt (Flüssigkeit und Bodensatz) in einen 4′ hohen und oben 3½′ weiten mit Blei ausgefutterten Bottich, deren man drei bis vier Stück hat (Absatzfässer). In den Bottich gibt man, sobald der Kübel zum ersten Male entleert ist, 5 bis 6 Pf. 60 grädige oder 8 bis 10 Pf. Schwefelsäure zu 50 bis 52° (Kammersäure), um das gleichzeitig gebildete basische Salz aufzulösen und rührt um, und wenn derselbe mit Lauge angefüllt ist, wird nochmals langsam durchgerührt, worauf man klären lässt. Nach dem Abklären der Lauge zieht man dieselbe in eine kupferne oder bleierne Pfanne; sobald dieselbe nach und nach mit Lauge angefüllt ist, gibt man Feuer, dampft ein, ersetzt das verdampfte Wasser durch frische Lauge, und wenn eine im bleiernen oder kupfernen Cylinder fast erkaltete Probe 19 bis 20° B. zeigt, entfernt man das Feuer, lässt etwas absetzen und zieht die klare Lauge in die Krystallisirgefässe, hölzerne mit Blei ausgekleidete Bottiche, welche 3½′ hoch und oben 2½′ weit sind. Man stellt in die Lauge hölzerne Stäbe, die an, auf den Bottichen liegenden, Querhölzern befestigt sind und

Digitized by Google

beschwert diese durch, auf einer Seite mit Blei überzogene hölzerne Deckel. Schaufeln, Schaben, Eimer, welche mit dem Vitriol oder dessen Lauge in direkte Berührung kommen, sind von Kupfer, alle eisernen Geräthschaften dürfen dabei durchaus nicht in Anwendung genommen werden.

Nach Beendigung der Krystallisation, welche in 3 bis 4 Tagen erfolgt ist, wird die Lauge zurück in die Pfanne gegeben, das angeschossene Salz herausgenommen, auf einen kupfernen Trichter gegeben und mit ein wenig Wasser gewaschen; zwischen dem auf einem Tische ausgebreiteten Salze werden die zu kleinen Krystalle ausgelesen oder auch durch ein weites Sieb von Spänen oder Kupferdraht, abgesiebt, die übrigen auf mit Papier belegten Horden im Schatten abgetrocknet und darauf in Fässer verpackt. Die in der Pfanne befindliche Vitriollauge, in welcher man das feine Salz wieder mit auflöst, dampft man, unter Nachgabe von frischer Lauge, zu derselben Dichtigkeit wie das erste Mal und verfährt damit wie oben gezeigt.

Wenn man der in den Ansatzfässern befindlichen Flüssigkeit keine Schwefelsäure hinzusetzt, wie es bei meiner Uebernahme der Leitung der Fabrik der Fall war, dann verbleibt ein durchaus nicht kupferarmer Rückstand, welcher in der Fabrik den Namen »Kupferschlamm« erhalten hatte. Derselbe enthält das Kupfer mehr im oxydirten Zustande, als basisches Salz. Ich habe diesen Kupferschlamm untersucht und zwar im feuchten Zustande, und ihn in 100 Theilen zusammengesetzt gefunden aus 18,350 Wasser + 5,401 Schwefelsäure + 12,083 Kupferoxyd (= 9,666 Cu) + 60,625 Kieselerde + 1,666 Schwefel + 1,875 schwefels. Bleioxyd, Thonerde, Eisenoxyd.

Da mir die Produktion des schwefelsauren Kupferoxyds auf die vorstehend beschriebene Weise zu langsam von Statten ging, versuchte ich das Schwefelkupfer durch ein einfacheres und schnelleres Verfahren und in grösseren Mengen darzustellen, und somit auch die Bereitung des Vitriols aus demselben zu vereinfachen; im Nachstehenden lasse ich das Nähere darüber folgen.

Versuch 1. 20 Pfund Kupferschnitzeln (Abfall von Münzen u. dgl. m.) wurden mit 8 Pf. gröblich gepulvertem gelbem Schwefel schichtweise in einen Topf gebracht, welcher schon ein-

Digitized by Google

mal zum Ausglühen von, in Zuckerfabriken gebrauchter, Knochenkohle gedient hatte; der Topf wurde mittelst eines Deckels und Lehm verschlossen, doch so, dass in dem im Deckel befindlichen Loche eine Oeffnung, eine Linse gross, verblieb. Nach dem Glühen und Erkalten zeigte die Masse ein Gewicht von 25 Pf., erschien zusammengebacken, das Zähe und Biegsame der Kupferschnitzeln war verschwunden, und statt Diesem waren dieselben leicht zerbrechlich, krystallinisch im Bruche und grauweis metallisch glänzend.

Diese Masse wurde gestossen, auf zwei Kupferblechen vertheilt, schichtweise mit gepulvertem Schwefel bestreuet, in den Vitriol- oder Calcinirofen geschoben und calcinirt. Ich fand später, dass es besser sei, dieses gestossene Schwefelkupfer für sich, ohne Zusatz von Schwefel, im Ofen zum Rothglühen zu bringen, dann erst mit wenig gestossenem Schwefel zu bestreuen, nachdem derselbe abgebrannt ist, zu calciniren und die Masse glühend heiss in Wasser zu schütten; es entstand eine gesättigt blaue Auflösung und mit dem Glühen und Ablöschen des Schwefelkupfers wurde abwechselnd fortgefahren.

Versuch 2. 20 Pf. Kupfer mit 7 Pf. Schwefel schichtweise in einen Topf gepackt und geglüht, gaben $24\frac{1}{2}$ Pf. Schwefelkupfer.

Versuch 3. 20 Pfund Kupfer und 5 Pfund Schwefel gaben 24 Pf. Schwefelkupfer. Hier ist zu bemerken, dass $\frac{1}{2}$ Pf. Kupferschnitzeln nur auf ihrer Oberfläche theilweise angegriffen waren.

Es ist mithin nöthig, dass etwas mehr Schwefel genommen werde, als gerade erforderlich ist, das Kupfer in Schwefelkupfer umzuwandeln, weil man auf die Verflüchtigung von Schwefel rechnen muss. Das beste Verhältniss ist 20 Pf. Kupferschnitzeln und $5\frac{1}{2}$ bis $5\frac{3}{4}$ Pf. grobgepulverter Schwefel, d. i. auf 100 Pfund Kupfer $27\frac{1}{2}$ bis $28\frac{3}{4}$ Pf. Schwefel.

Dreissig Töpfe — es sind ganz dieselben wie beim Artikel »Schwefelbaryum« beschrieben — werden, ein jeder mit 20 Pf. Kupferschnitzeln und $5\frac{1}{4}$ Pf. Schwefel beschickt, die Fugen zwischen denselben und den Deckeln und auch die in den letzteren befindlichen Löcher, bis auf eine linsengrosse Oeffnung in jedem, mit Lehm verstrichen und diese Ansätze von 600 Pf. Kupfer und

Digitized by Google

165 Pf. Schwefel in zwei Malen im Vitriolofen, bei vollem Zuge, gebrannt. Nach dem vollständigen Erkalten wird das Schwefelkupfer möglichst fein gemahlen, das erhaltene Pulver in zwei bis drei mit Blei ausgefutterte Kasten gebracht, in denen man es flach ausbreitet, und mit einem kupfernen Rechen, unter Zusatz von so viel Wasser durchgearbeitet, dass es hinlänglich befeuchtet ist. Man lässt dasselbe einige Tage in dem Kasten, rechet es täglich einigemal durch und feuchtet, wenn nöthig, mit Wasser an. Sodann lässt man in die verbleiten Kasten, etwa zu $\frac{7}{8}$ ihrer Höhe, heisses Wasser laufen, rührt mit einem hölzernen Spatel gut durch und lässt absetzen. Die abgeklärte Lauge wird in die Ansatzfässer, auf den Rückstand nochmals Wasser gegeben, durchgerührt und der Ruhe überlassen; die hier erhaltene schwache Lauge zieht man ab und vertheilt sie in die sechs vor dem Vitriolofen stehenden Kübel. Das feuchte Schwefelkupfer schlägt man auf Körbe, die auf quer über die Kasten gelegte Hölzer gestellt werden, und lässt es hier so weit abtrocknen, dass es nicht schlammig mehr ist; die abtropfende Lauge wird der in den Kübeln befindlichen beigegeben.

Das abgetrocknete Schwefelkupfer vertheilt man in sechs möglichst gleiche Theile, trägt einen Theil davon auf die Ofensohle, woselbst man es mit der Krücke und dem Haken gleichmässig ausbreitet, und gibt Feuer. Wenn das Schwefelkupfer anfängt trocken zu werden, besprengt man es stark mit einem Wasser, dem man so viel eisenfreie (Gegenwart von Salz- oder Schwefelsäure schadet nichts) Salpetersäure zugesetzt hat, dass dasselbe etwa 5° B. (= 1,035 sp. G.) zeigt, worauf mit der Krücke langsam umgewandt wird; das Besprengen geschieht mit einem langen Strohwische, den man an einem oben gespaltenen langen Stocke festgebunden hat, ähnlich denjenigen Strohbürsten, wie sie von den Bäckern gebraucht werden. Nach und nach, sobald der Ofen heisser wird, röstet das Schwefelkupfer, während welcher Zeit es noch einigemal mit dem sauren Wasser, das man in der Nähe des Ofens in einem Steintopfe stehen hat, besprengt wird; alsdann zieht man es glühend heiss ganz vorn in den Ofen, benetzt es allda nochmals, damit es beim Austragen nicht staube und wirft es mit der Schaufel in die schwache Lauge des ersten Kübels, worauf man eine zweite Portion ebenso behandelt und in die Lauge des zweiten Kübels einträgt, und so fort. Wenn die

fünfte Portion im Ofen ist, schlägt man das Unaufgelöste aus dem ersten Kübel auf flache Körbe und untersucht die Flüssigkeit auf ihre Stärke; hat dieselbe nicht mindestens 7 bis 8°. dann lässt man sie in dem Kübel und schreckt noch ein- bis zweimal das später im Ofen mit saurem Wasser benetzte und geröstete Schwefelkupfer darin ab. Die in den Kübeln erzeugten trüben Laugen, von 7° und mehr. bringt man in die Ansatzfässer, giesst in jedes derselben 3 bis 4 Pf. Schwefelsäure zu 50 bis 52°, und wenn dieselben nahezu voll sind, rührt man die Lauge gut durch und lässt klären. Sobald das Schwefelkupfer anfängt sich zu vermindern, macht man statt 6 nur 5 oder 4 Ofeneinsätze, bis zu einem herab; dann ist es nicht rathsam in dem Ofen weiter zu arbeiten, weil an Feuerung zu viel verloren gehen würde, ein anderes ist es, man habe sich in der Zwischenzeit frisches Schwefelkupfer bereitet. Im anderen Falle bringt man das rückständige Schwefelmetall in einen mit Blei ausgelegten hölzernen Kasten, rührt es in demselben mit Wasser zum dünnen Brei an und bewahrt es in stets feucht gehaltenem Zustande für die nächste Bereitung des Vitriols auf. Will man zur Erlangung einer genauen Selbstkostenberechnung gelangen, dann hat man den Rückstand, wenn er gering, mit Salpetersäure und Schwefelsäure in einer irdenen Schüssel in der Wärme zu behandeln, um den Kupfergehalt, als Vitriol zu erhalten; ist der Rückstand gross, dann muss man den Kupfergehalt durch eine angestellte Analyse darin ermitteln.

Das Abdampfen der erhaltenen Lauge und das Auskrystallisiren derselben bis zu den Mutterlaugen hinaus, weil die letzten keine verunreinigenden Salze enthalten, geschieht auf die oben angegebene Weise.

Auffällig ist das öftere Erscheinen von schwammähnlich zusammengehäuftem Kupfer — ohne die geringste Gegenwart von metallischem Eisen — an den Seitenwänden der Ansatzfässer. wenn die Lauge länger darin steht; doch ist es nur bei solchen Laugen der Fall, denen keine Schwefelsäure zugesetzt worden war.

Von 1000 Pf. Kupfer und 275 Pf. Schwefel bei Mitanwendung von 15 Pf. Salpetersäure zu 40° B. und 60 Pf. Schwefelsäure zu 52° B. wurden zwischen 3490 bis 3500 Pfund Kupfervitriol erhalten.

Digitized by Google

Das schwefelsaure Kupferoxyd erscheint in lasurblauen, durchsichtigen, schief vierseitigen Krystallen, ist geruchlos, besitzt ekelerregenden Metallgeschmack; die Krystalle werden, durch Entweichen von etwas Wasser, an der Luft blässer und nach und nach weiss beschlagen, in warmer Luft zerfallen sie ganz zu einem weissen Pulver. In der Hitze schmilzt das Salz, unter Verlust seines Wassers, zu einer weissen Masse, welche in höheren Hitzgraden, wie der Eisenvitriol, ihre Schwefelsäure verliert und Kupferoxyd zurücklässt. Es löst sich in 3½ Th. Wasser von 15° C. und in gleichen Theilen kochendem auf, nicht in Weingeist; die Auflösung reagirt sauer. Reiner Kupfervitriol ist auf Eisen- und Zinkoxyd zu untersuchen.

Schwefelsaures Kupferoxyd-Ammoniak.

$NH_4\,O,\,SO_3 + NH_3\,Cu\,O$; (oder: $Cu\,O,\,SO_3 + 2\,NH_3 + HO$).

(Kupfersalmiak; Cuprum oxydatum sulphuricum ammoniatum, Cuprum sulphurico-ammoniatum, Cuprum ammoniacale seu ammoniatum; Sulfate de cuivre ammoniacal; Ammoniuret of copper, Ammoniated copper.)

Man zerreibt 1 Pf. reinen Kupfervitriol in einem porcellanenen Mörser zu einem möglichst feinen Pulver, gibt dasselbe in eine Stöpselflasche und giesst so lange Aetzammoniakauflösung hinzu, bis alles aufgelöst ist, was man durch Umschütteln unterstützt; es wurden 3½ Pf. Ammoniaksolution von 0,960 sp. G. erfordert. Die klare lasurblaue Flüssigkeit wird in einen weiten gläsernen Cylinder oder, in Ermangelung eines solchen, in einen Zuckerhafen gegeben und an einen kalten Platz gestellt, um daselbst einige Zeit unangerührt stehen zu bleiben. Alsdann giesst man durch einen auf ein nicht zu weites Glasrohr gesteckten Trichter 6 Pf. Alkohol von 80% mit der Vorsicht darauf, dass beide Flüssigkeiten unvermischt übereinander stehen. Hierauf verbindet man das Gefäss mit Blase, oder bedeckt es luftdicht mit einer mattgeschliffenen Glasplatte und überlässt dasselbe der Ruhe.

Wenn nach Verlauf mehrerer Wochen keine Zunahme von Krystallen mehr bemerkt wird, werden die Flüssigkeiten in ein anderes gläsernes Gefäss gegeben und durch langsames Umrühren mit einem Glasstabe vermischt, wodurch noch eine ansehnliche Menge von kleineren Krystallen erhalten wird. Das Salz trocknet man, gemischt oder die grösseren von den kleineren Krystallen getrennt, wie man es am besten erachtet, auf mehrfach zusammengelegtem Druckpapier und bewahrt es in mit Glasstöpseln verschlossenen Flaschen an einem trocknen, aber nicht warmen, Orte auf. Man erhielt $14\frac{1}{2}$ Unzen Ausbeute.

Um den Weingeist aus der ammoniakalischen Mischung durch Destillation wieder zu gewinnen, wird dieselbe vorher mit Schwefelsäure übersättigt.

Schwefelsaures Kupferoxyd-Ammoniak krystallisirt in lasurblauen, geschobenen, vierseitigen Säulen, schmeckt beissend ekelhaft metallisch, riecht ammoniakalisch, löst sich in $1\frac{1}{2}$ Th. kaltem Wasser auf; mit viel Wasser behandelt wird es zersetzt und ein blassblaues Pulver, welches weniger Ammoniak enthält, ausgeschieden. Es zersetzt sich an der Luft, wobei Ammoniak entweicht und allmälig kohlensaures Kupferoxyd gebildet wird, weshalb die blaue Farbe in Grün übergeht und ein grüner Rückstand beim Auflösen verbleibt.

Salpetersaures Kupferoxyd.

$$Cu\,O,\,NO_5 + 3\,HO.$$

(Cuprum [oxydatum] nitricum; Nitrate ou Deutonitrate de cuivre; Nitrate of copper.)

In sechs grosse irdene Satten (Schüsseln) werden, in eine jede 16 Pf. gewöhnliche — eisenfreie — Salpetersäure zu 36° gegeben, worauf man nach und nach so lange Kupferschnitzeln hinzufügt, bis die Flüssigkeit keine merkliche Einwirkung auf das

Digitized by Google

Metall mehr äussert. Sodann setzt man die Schüsseln auf eine mässig warme Stelle des Sandbades; wenn in der heiss gewordenen Flüssigkeit kein Kupfer mehr aufgelöst wird, entfernt man die Schüsseln wieder aus der Wärme und giesst die Auflösung zum Absetzen in einen grossen Steintopf. Nach dem Abklären zieht man die Lauge mittelst eines gläsernen Hebers in drei bis vier grosse irdene Schüsseln, filtrirt den rückständigen trüben Theil derselben und gibt diesen gleichfalls in die Schüsseln, welche man zum Verdunsten der Lauge auf einen sehr warmen Platz des Sandbades stellt und daselbst bis zum Laufen stehen lässt, d. i. bis sie sich mit einer starken Salzhaut überzieht. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann werden die Schüsseln für einen bis zwei Tage an einen kühlen Ort gestellt. Nach der Krystallisation giesst man die Lauge von den angeschossenen Krystallen, welche, von ansehnlicher Grösse, aneinander hängen ab. und stellt zwei Schüsseln aneinander auf eine dritte leere, um die anhängende Lauge abtropfen zu lassen. Da die, oft 4" dicke Krystallmasse sich mühsam aus den Schüsseln bringen lässt, eiserne Messer und Meissel man natürlich zum Herausbrechen des Salzes nicht anwenden darf, so thut man am besten, dieselben im Sandbade durch Drehen und Wenden gleichmässig zu erwärmen, wodurch der Anschuss oft in einem oder einigen grossen Stücken aus der Schaale genommen werden kann; diese werden so schnell als möglich mit einem dicken irdenen Pistill zerbrochen, und in bereits tarirte irdene Töpfe mit engen Mündungen dicht aufeinander gepackt. Nach dem Füllen werden dieselben durch Körke verschlossen und verpicht; mit der rückständigen Lauge verfährt man wie vorhin angegeben, und so fort. Ich habe, nachdem die Lauge abgegossen worden, das angeschossene Salz oftmals in den Satten, in der Wärme des Sandbades, zerfliessen lassen und in diesem dickflüssigen Zustande in die irdenen Töpfe gegeben, weil dies eine Arbeitserleichterung war; da indess von den Empfängern Beschwerden kamen, dass sie das Salz, ohne die Töpfe zu zerbrechen, nur mühsam herausbringen könnten, musste diese Manipulation wieder aufgegeben werden.

Die angewandten 96 Pf. Salpetersäure erforderten $17\frac{5}{16}$ Pf. Kupfer, und es wurden zwischen 62 bis 65 Pf. krystallisirtes Salz erhalten.

Das salpetersaure Kupferoxyd krystallisirt, aus grösseren Laugenmengen, in saphirblauen, rhombischen Säulen von ansehn-

licher Grösse, schmeckt sehr ätzend, scharf, ekelhaft metallisch, riecht schwach nach Salpetersäure und reagirt sauer. Es zerfliesst sehr leicht, löst sich leicht in Wasser und Weingeist, gibt durch Erhitzen ein basisches Salz von hellgrüner Farbe, welches sich nicht in Wasser, aber in Säuren auflöst; durch weiteres und stärkeres Erhitzen wird es total zersetzt und lässt reines Kupferoxyd zurück.

Geringe Mengen von Schwefel- und Salzsäure werden in diesem Handelsartikel entschuldigt, nur verlangen die Färber, welche es zu Tafelfarben gebrauchen, dasselbe frei von Eisen.

Ein reines salpetersaures Salz für analytisch- und pharmaceutisch-chemische Zwecke wird durch Behandlung von reinem Kupfer mit reiner Salpetersäure erhalten.

Gereinigtes Quecksilber.

Hg.

(Hydrargyrum purum, Mercurius vivus depuratus; Mercure métallique pur, Argent vif pur; Pure mercury, or quicksilver.)

Käufliches Quecksilber ist nicht rein, sondern enthält fremde Metalle, als zufällige und zum Theil als absichtliche Verunreinigungen, Blei, Wismuth, Antimon, Zinn, Zink (Silber, Kupfer, Eisen), von denen es für mancherlei Gebrauch gereinigt werden muss; solches geschieht entweder durch Destillation oder durch Behandlung mit concentrirter Schwefelsäure.

Im ersten Falle giesst man in eine untubulirte Retorte, welche nur zur Hälfte damit gefüllt werden darf, 10 Pf. Quecksilber und schüttet $\frac{7}{8}$ Pf. reine Eisenfeile darauf; man hat sich aus seinem Retortenvorrathe eine solche auszusuchen, welche stark (und nicht knotig und blasig) im Glase ist und einen langen Hals hat. Man *legt* die Retorte in einen Korb von starkem Eisen-

Digitized by Google

draht, in einen Ofen ein, und destillirt über freiem Kohlenfeuer oder, man legt sie in eine Sandkapelle ein; bei Anwendung der letzteren hat man der Retorte eine $\frac{3}{4}'$ bis $1'$ hohe Unterlage von Sand zu geben, neigt ihren Hals zum leichteren Abfliessen des Quecksilbers möglichst tief nach unten, umschüttet sie bis an den Hals mit Sand und stülpt eine Kuppel von Eisenblech über dieselbe. An die Retorte wird ein Kolben mit Wasser angelegt und der Retortenhals durch eine Röhre von dünner Pappe oder steifem Papier bis zur Hälfte unter dem Wasserspiegel verlängert, damit das Quecksilber sich gehörig abkühle, ehe es ins Wasser fällt. Zur Sicherheit und mehrerer Abkühlung legt man den Kolben auf einen Strohkranz in eine mit Wasser gefüllte irdene Schüssel. Man gibt zuerst gelindes Feuer, verstärkt dasselbe nach und nach, und sobald im Retortenhalse keine Metallkügelchen mehr erscheinen, lässt man es ausgehen.

Nach dem Erkalten wird das Wasser von dem Quecksilber abgegossen, die auf demselben befindliche graue Haut (Quecksilber- und Eisenoxyd) durch Schütteln mit etwas Salzsäure entfernt, mit destillirtem Wasser mehrmals gewaschen und das anhängende Wasser durch gelindes Erwärmen verflüchtigt. Das vollkommen trockne Quecksilber lässt man zur Entfernung von Schmutztheilen durch eine spitze, unten mit einem Nadelstich versehene Düte von Schreibpapier laufen, und bewahrt es in verschlossenen Flaschen auf.

Bei Behandlung des Quecksilbers mit Schwefelsäure gibt man 10 bis 12 Pf. desselben in eine flache Schaale von Porcellan oder Steingut, giesst etwa ein gleiches Volum concentrirter Schwefelsäure darauf und lässt unter öfterem Umrühren mit einem Glasstabe die letztere 12 bis 14 Tage auf das Metall einwirken. Hat sich die Schwefelsäure nach Verlauf dieser Zeit nicht getrübt und ist kein Geruch nach schwefliger Säure bemerkt worden, so giesse man die Säure ab, wasche das Quecksilber so lange mit reinem Wasser bis jede Spur von anhängender Säure entfernt ist, trockne und filtrire es durch eine Papierdüte. Ist hingegen Trübung in der über dem Quecksilber stehenden Säure entstanden, dann hat man eine geringe Menge desselben herauszunehmen, mit Wasser abzuwaschen und mehrere Tage mit frischer Säure zu behandeln. Bleibt diese klar, so wird dadurch

bewiesen, dass die angesetzte Menge von 10 bis 12 Pf. gereinigt ist, im anderen Falle muss man das Metall noch einige Zeit mit der darüber stehenden Säure in Berührung lassen; eine zweite, ebenso wie das erste Mal mit frischer Säure behandelte, Probe wird daun darthun, ob die Operation der Reinigung beendigt ist.

Reines Quecksilber besitzt eine fast silberweisse, wenig ins Bläulich-Graue spielende Farbe, ist starkglänzend, geruch- und geschmacklos, leichtflüssig, besitzt ein spec. Gew. von 13,58 bei 4° und 13,53 bei 26° C. (nach Kupffer), gefriert unter — 39°, zieht sich stark zusammen, ist dann weich wie Blei, dehnsam, lässt sich schneiden und hämmern. Es ist flüchtig, verdunstet in sehr geringer Menge bei gewöhnlicher Temperatur, kommt bei 360° C. ins Kochen und destillirt über ohne einen Rückstand zu hinterlassen.

Salpetersäure löst das Quecksilber bei gewöhnlicher Temperatur, concentrirte Schwefelsäure erst in der Hitze auf, von Salzsäure wird es weder aufgelöst noch angegriffen. In verschlossenen Gefässen und beim Schütteln mit reiner Luft erleidet reines Quecksilber keine Veränderung und auf Papier läuft es in runden Kügelchen ohne einen Schweif zu hinterlassen; unreines Queksilber sieht immer blind aus, ist weniger flüssig, läuft nicht reinlich über weisses Papier, sondern hinterlässt Schmutz, die Kügelchen sind weniger rund, sondern mehr länglich und ziehen kleine Schwänze nach. Das reine Quecksilber ist — falls gewöhnliches dafür suhstituirt sein sollte — auf die oben angegebenen Verunreinigungen Blei, Wismuth u. s. w. zu prüfen.

Digitized by Google

Rothes Schwefelquecksilber.

Hg S.

(Quecksilbersulfid, Zinnober; Hydrargyrum sulphuratum rubrum, Cinnabaris; Sulfure de mercure rouge, Deutosulfure de mercure, Cinabre, Vermillon; Red sulphuret of mercury, Bisulphuret of mercury, Cinnabar.)

Man stellt den Zinnober theils auf trocknem, theils auf nassem Wege dar. Beide Methoden sind von mir versucht und angewandt worden, jedoch gebe ich der letzteren den Vorzug, nicht nur, weil man nicht nöthig hat den erhaltenen Artikel auf einem Reibestein zu präpariren, sondern auch, weil derselbe mehr Tiefe und Feuer an Farbe besitzt, als der nach der andern Methode gewonnene.

Um Zinnober auf nassem Wege herzustellen, bereitet man sich zuerst eine Schwefelkaliumlauge. Man bringt 36 Pf. Aetzkaliauflösung von 36° B. in einem blankgescheuerten gusseisernen Kessel zum Sieden und trägt, unter beständigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, so lange gepulverten Schwefel ein, bis nichts mehr davon aufgelöst wird. Die dunkelgelbe Auflösung giesst man von dem unaufgelöst gebliebenen Schwefel ab, in einen Steintopf, wäscht den Schwefel mit etwas Wasser nach, und gibt auch dieses der concentrirten Flüssigkeit bei; es lösten sich in 36 Pf. jener Aetzlauge zwischen $13\frac{3}{4}$ bis $13\frac{1}{8}$ Pf. Schwefel auf. Nach dem Erkalten wird die Auflösung filtrirt, ihr Gewicht beträgt etwa 50 Pfund; diese Flüssigkeitsmenge wird in 12 Flaschen gleichmässig vertheilt, so dass die Schwefelkaliumlauge für jede Flasche etwas mehr als $4\frac{5}{12}$ Pf. beträgt. Man schüttelt nun mit je 3 Th. dieser Lauge 2 Th. Quecksilber, folglich werden in jede Flasche $2\frac{1}{4}$ Pf. desselben abgewogen.

Da, wegen zu grossen Kosten, das Schütteln solcher Mengen durch Arbeiter-Kräfte nicht wohl ausführbar ist, wendet man Dampfkraft an. Die 12 zu $\frac{3}{4}$ mit Lauge und Quecksilber gefüllten und mit Glasstöpseln versehenen möglichst hohen grünen Glasflaschen werden mit nassgemachtem Leder verbunden und, wenn dasselbe angetrocknet ist, in eine Kiste mit Sägemehl verpackt, und zwar so, dass man zu unterst sechs Stück aufrecht stehend einpackt, darauf von Aussen, durch einen Schlitz, einen

einschiebt, dann die übrigen Flaschen ebenfalls mit Sägemehl oben auf verpackt und den Kasten mit einem Deckel verschliesst. So vorgerichtet wird die Kiste an einen mit der Dampfmaschine in Verbindung stehenden auf- und abgehenden Balken, durch eiserne, mit Schrauben versehene, Zwingen fest angeschroben, und erhält man die in der Kiste verpackten Mischungen mindestens vier volle Tage in dieser, stets schüttelnden Bewegung; man hat es hierbei ganz in seiner Gewalt, langsam oder schnell schütteln zu lassen. Wenn eine Dampfmaschine nicht zur Verfügung steht, kann man die mit Schwefellauge und Quecksilber gefüllten Gefässe an den Gattern von Sägemühlen befestigen, und auf diese Weise ein stetes Schütteln bewerkstelligen.

Nach Verlauf der oben angegebenen Zeit hebt man die Kiste vom Balken herab, nimmt die Flaschen heraus und wird man das Quecksilber in ein intensiv rothes Pulver verwandelt finden; man stellt dieselben zum Absetzen an einen dunkeln Platz, giesst die überstehende Flüssigkeit ab und hebt sie auf, um in derselben im Kochen wieder Schwefel zur nächsten Bereitung des Zinnobers aufzulösen.

Den Inhalt sämmtlicher Flaschen spühlt man nun mit Wasser in einen Steintopf, füllt denselben ganz mit Wasser an, lässt absetzen, dekantirt die Flüssigkeit und wiederholt dies so lange, bis das Waschwasser nicht alkalisch mehr reagirt. Der Zinnober wird nun in drei bis vier grosse irdene Schüsseln gegeben und mit Wasser geschlemmt, um ihn von den beigemengten grauen Theilen zu trennen. Die leichteren Theile, den Zinnober, gibt man mit dem Schlemmwasser in den reingewaschenen Steintopf zurück, die schwerere graue Substanz (metallisches Quecksilber) verbleibt mit einer geringen Menge Zinnober in den Schüsseln; man benutzt die letztere wieder bei der nächsten Bereitung des rothen Schwefelquecksilbers.

Nachdem der Zinnober sich gehörig abgelagert hat, giesst man das Wasser ab, bringt denselben auf ein dichtes leinenes Tuch und trocknet ihn in gelinder Wärme.

Von den angewandten Laugen- und Quecksilbermengen wurden zwischen 32 ¼ bis 32 ½ Pfund Zinnober von schöner feuriger Farbe erhalten.

Digitized by Google

Auf trocknem Wege erhält man den Zinnober folgendermaassen.

Man schmilzt in einem rostfreien gusseisernen Kessel $6\frac{5}{8}$ Pf. gemahlenen Schwefel über gelindem Feuer und setzt unter stetem Umrühren nach und nach in kleinen Portionen 48 Pf. Quecksilber (erwärmtes) hinzu. Sollte, was allerdings nur durch zu starkes Feuern und durch Unachtsamkeit vorkommen kann, die Masse sich — zu Ende der Operation — entzünden, dann hat man den Kessel schnell mit einem, für den Fall zur Hand liegenden, gut passenden Deckel von Eisenblech zu verschliessen und das Feuer vorzuziehen oder ganz zu entfernen. Das erhaltene schwarze Schwefelquecksilber wird in einem grossen steinernen oder, in Ermangelung eines solchen, in einem blanken eisernen Mörser zum feinen Pulver zerrieben. Man vertheilt das Pulver in vier grosse Glaskolben, deren ein jeder nur zur Hälfte damit angefüllt wird, setzt dieselben in Sublimirkapellen ein und umschüttet sie eine halbe Hand breit hoch über dem Schwefelquecksilber mit Sand. Darauf gibt man Feuer, welches nach und nach bis zur Glühhitze verstärkt und so lange unterhalten wird, bis Alles aufgetrieben ist. Sollte sich, was übrigens höchst selten der Fall, während der Sublimation der Kolbenhals verstopfen wollen, so wird mittelst eines vorher sehr heiss gemachten zugespitzten blanken Eisenstabes in dem Anfluge schnell eine Oeffnung gemacht. Nach dem Erkalten werden die Kolben zerschlagen; der erhaltene Zinnober wird in grosse Stücke zerbrochen und das matt aussehende Pulverige davon getrennt. Es wurden (zwischen $47\frac{1}{2}$ und $48\frac{1}{4}$ Pf.) durchschnittlich $47\frac{7}{8}$ Pf. Stückzinnober und $1\frac{1}{16}$ Pf. Abfälle erhalten, welche bei der nächsten Produktion wieder mit aufgetrieben werden.

Der Stückzinnober wird zerschlagen und auf einem Reibsteine mit Wasser feinzerrieben oder, bei grossen Mengen, zwischen Steinen gemahlen, geschlemmt, und nachher in gelinder Wärme getrocknet. Der durch Sublimation dargestellte Zinnober hat, wie oben bereits bemerkt und so weit meine darüber gemachten Erfahrungen reichen, niemals das Feuer, welches der auf nassem Wege bereitete besitzt, sondern sieht im Vergleich zu diesem matt aus. Man kann dessen Farbe einigermaassen verbessern, wenn man ihn im präparirten Zustande mit Pottaschenlauge längere Zeit hindurch digerirt oder mit derselben aufkocht,

dann so weit mit Wasser auswäscht bis die alkalische Reaction verschwunden, darauf einige Stunden in irdenen Schüsseln mit stark diluirter Salzsäure bei gelinder Wärme behandelt wiederum vollkommen aussüsst und trocknet.

Die von Wehrle in Vorschlag gebrachte Anwendung von 1 % Schwefelantimon bei Bereitung des Zinnobers, und nachheriges Behandeln desselben mit Schwefelkaliumlauge und dann mit verdünnter Salzsäure in gelinder Wärme, hat mir nicht das erwartete Resultat gegeben; möglich indess, dass der Zinnober bei Bereitung sehr grosser Mengen, in einer Operation, dadurch besser ausfällt.

Der auf nassem Wege bereitete Zinnober zeichnet sich durch seine Tiefe und sein Feuer aus, und bildet ein zartes, schweres, geruch- und geschmackloses, nicht krystallinisches Pulver; der durch Sublimation erhaltene erscheint in dunkelrothen, glänzenden Stücken, welche im Bruch aus gleichlaufenden Nadeln bestehen und durch Reiben und Schlemmen in ein hochrothes Pulver verwandelt werden, doch noch so fein zerrieben und geschlemmt, lässt es unter dem Mikroscop deutlich seine ursprüngliche Krystallisation erkennen. In Wasser, Weingeist, kalter Salpetersäure von 25° B., kalter Salzsäure, verdünnter Schwefelsäure und Essigsäure löst er sich nicht auf; rauchende Salpetersäure und Königswasser zersetzen ihn, es bildet sich im ersten Falle schwefelsaures Quecksilberoxyd und im andern Quecksilberchlorid. Er verbrennt mit bläulicher Flamme unter Entweichung von schwefligsaurem Gas und Quecksilberdämpfen. In einem verschlossenen Gefässe sublimirt der Zinnober, ohne zu schmelzen, zu einer eisengrauen, glänzenden, beim Reiben roth werdenden Masse; er wird durchs Erhitzen mit Kalk, Eisenfeile oder Hammerschlag, Zinn, Spiessglanz zerlegt, indem diese den Schwefel binden und Quecksilber überdestillirt. Zinnober ist auf Mennige, Ziegelmehl oder Colcothar, mit welchen Substanzen er öfters verfälscht wird, zu untersuchen.

Digitized by Google

Quecksilberchlorür.

$Hg_2 Cl$.

(Mildes salzsaures Quecksilber, Versüsstes Quecksilber, Calomel, Quecksilberpanacee; Hydrargyrum chloratum, Hydrargyrum muriaticum mite. Mercurius dulcis, Calomel, Panacea mercurialis, Aquila alba, Manna metallorum, Panchymagogum minerale; Protochlorure de mercure, Calomelas; Protochloride of mercury, Mild chloride of mercury, Calomel.)

Man bereitet das versüsste Quecksilber auf trocknem und auf nassem Wege, auf ersterem entweder durch Behandlung von corrosivem Sublimat mit Quecksilber oder aus schwefelsaurem Quecksilberoxyd, Quecksilber und Kochsalz.

1. Auf trocknem Wege. 12 Pf. Quecksilberchlorid werden in einem Mörser von Serpentinstein, Porcellan oder starkgebranntem Steingut — zur Verhütung des Stäubens — mit etwas Alkohol besprengt, zu einem feinen Pulver zerrieben, dann 9 Pf. Quecksilber hinzugesetzt, und fährt man mit dem Reiben so lange fort, bis keine Quecksilberkügelchen mit dem freien Auge mehr zu erkennen sind. Sodann schütte man das Gemisch durch einen papiernen Cylinder in eine Retorte (von deren Schnabel man vorher einige Zoll abgesprengt hatte), welche etwa $\frac{1}{3}$ damit angefüllt wird, setze sie in eine Kapelle auf eine $\frac{3}{4}$ bis höchstens 1″ hohe Sandunterlage, umschütte sie zu $\frac{2}{3}$ ihrer Höhe, d. i. bis unter ihre Wölbung mit Sand, schiebe eine Vorlage an, verklebe die Fugen mit Mehlkleister und Papier und lasse nur eine kleine Oeffnung für den Austritt der atmosphärischen Luft. Man gibt alsdann Feuer, zuerst ein schwaches, welches nach und nach verstärkt und so lange unterhalten wird, bis der Sublimat aufgetrieben ist, d. i. bis man durch Hinwegschieben von Sand den Boden der Retorte leer findet, worauf man sämmtliches Feuer entfernt und nach etwa einer Stunde die Retorte etwas aus dem Sande emporzieht.

Man besetzte in der Regel 4 Retorten mit Mischungen wie die angegebene, und trieb sie in einem Ofen mit 4 Kapellen auf, welche durch ein und dasselbe Feuer geheitzt werden (wie in dem Artikel »schweflige Säure« angezeigt worden ist). Nach dem Erkalten werden die Retorten durch Abwischen mit einem Stück alten Zeuges von anhängendem Sand gereinigt, auf Papier gestellt

Digitized by Google

befinden sich in der Wölbung der Retorte und werden für sich in Flaschen gegeben, die unansehnlicheren dem Halse zu und im Halse derselben benutzt man zum Präpariren; sollte ja etwas Quecksilber nicht in die Verbindung eingegangen sein, so sammelt sich dasselbe meistens in der Vorlage oder am äussersten Ende des Halses der Retorte und wird bei der nächsten Bereitung des Chlorürs wieder mit verwendet. Man erhielt von 48 Pf. Quecksilberchlorid und 36 Pf. Quecksilber (zwischen 79½ bis 83 Pf.) durchschnittlich 81¼ Pf., d. i. von jeder Retorte 20 5/16 Pf. Chlorür.

Bei Anwendung von schwefelsaurem Quecksilberoxyd werden 12 Pf. desselben gleichfalls in einer steinernen oder porcellanenen Reibeschaale feingerieben, alsdann reibt man 8¼ Pf. Quecksilber bis zum Verschwinden sichtbarer Kügelchen unter, vermischt das Pulver mit 12 Pf. vollkommen trocknem Kochsalz und füllt in eine Retorte; drei andere Retorten werden mit gleichen Mischungen besetzt und in einem Ofen mit 4 Kapellen der Sublimation unterworfen. Im Uebrigen verfährt man wie oben angegeben. Das gebildete Glaubersalz gibt man in das Gebäude für Bereitung der rohen Soda. Von den vier Einsätzen wurden im Durchschnitt 81¾ Pf., d. i. für jede Retorte 20⅞ Pf. Calomel erhalten.

Die unansehnlicheren Stücke werden auf einem Präparirsteine mit Wasser so lange abgerieben und abgeschlemmt, bis daraus ein zart anzufühlendes Pulver entstanden ist, welches mit kaltem Wasser wiederholt gewaschen wird, bis in einer abfiltrirten Probe durch Schwefelammonium durchaus keine Färbung mehr hervorgebracht wird. Dieses höchst feine Pulver, auf einem leinenen Tuche gesammelt, im Schatten und vor Schwefelwasserstoff-Ausdünstungen geschützt, in gelinder Wärme getrocknet, stellt das präparirte Quecksilberchlorür dar. (Hydrargyrum muriaticum mite praeparatum seu Mercurius dulcis praeparatus.)

Beide, das Chlorür in Stücken sowohl als dessen Pulver, müssen in verschlossenen Glasflaschen und vor Lichtzutritt geschützt, aufbewahrt werden.

Wenn die Dämpfe des aus dem Gemisch von Quecksilberchlorid und Quecksilber sich bildenden Chlorürs in einen weiten

Digitized by Google

irdenen Kasten geleitet werden, in welchen dieselben mit Wasserdampf zusammentreten, dann erhält man dasselbe als ein so zartes Pulver, wie es durch Präparation nicht dargestellt werden kann, und auf diese Weise wird das Präparat in den Vereinigten Staaten von Nord-Amerika wohl überall dargestellt. (Hydrosublimate of mercury; Calomelas ou Mercure doux à la vapeur.)

2. Auf nassem Wege. Dieses in mehreren Fabriken Deutschlands unter dem Namen Scheele's oder Berzelius' versüsstes Quecksilber (Hydrargyrum muriaticum mite praecipitatum secundum Scheele seu Berzelius) bekannte Präparat erhält man durch Zersetzung von salpetersaurem Quecksilberoxydul mit Kochsalz.

In einer porcellanenen oder serpentinsteinernen Reibeschaale werden 4 Pf. trocknes salpetersaures Quecksilberoxydul mit etwa 8 bis 10 Pf. destillirtem Wasser, das mit ¼ Pf. reiner Salpetersäure von 25° B. versetzt ist, angerieben, sodann gibt man die Mischung in eine grosse irdene Satte, setzt 15 Quart destillirtes Wasser hinzu und stellt dieselbe auf einen nicht zu heissen Platz des Sandbades. Auf dieselbe Weise reibt man andere 20 Pf. des Quecksilbersalzes, nach und nach je 4 Pf., mit verdünnter Säure unter nachherigem Zusatz von Wasser an, so dass man sechs Schüsseln im Sandbade hat. Man rührt öfters mit einem dicken Glasstabe um und sobald sämmtliches Salz vollständig aufgelöst ist, wird die Auflösung durch ein über einen Tenakel gespanntes und mit Papier belegtes weisses leinenes Tuch filtrirt und die Auflösung in einen reinen eigens dafür bestimmten Bottich von Fichtenholz gegeben, in welchen man vorher 9 bis 10 Eimer destillirtes Wasser gegeben hatte. Nachdem sämmtliche Flüssigkeit filtrirt und im Bottich mit einem hölzernen Spatel durchgerührt ist, setzt man so lange Kochsalz-Auflösung hinzu, als noch ein Niederschlag erfolgt, worauf der Bottich mit einem Deckel bedeckt wird. Nach Ablagerung desselben zieht man die Flüssigkeit mit einem gläsernen Heber oder durch an dem Gefässe angebrachte Zapflöcher ab, bringt wiederum Wasser auf denselben und süsst so lange mit destillirtem Wasser aus, bis eine Probe des Waschwassers, in einer Glasschaale verdampft, keinen Rückstand hinterlässt. Man bringt den Niederschlag auf Spitzbeutel, trocknet ihn bei abgehaltenem Lichte in gelinder Wärme und be-

Digitized by Google

wahrt ihn in verschlossenen dunkel gefärbten oder mit schwarzem Papier beklebten Gläsern oder an einem dunkeln Platze auf. Es wurden von 24 Pf. trocknem salpetersaurem Quecksilberoxydul durchschnittlich $19\frac{1}{8}$ Pf. präcipitirtes Chlorür erhalten.

Das sublimirte versüsste Quecksilber erscheint in weissen etwas ins Gelbliche spielenden glänzenden Stücken, welche, faserig im Bruch, aus gleichsam an einander geschmolzenen vierseitigen Säulen bestehen und, mit einem scharfen Instrument geritzt, einen blassgelben Strich geben; das präcipitirte Präparat, sowie der durch Wasserdampf zertheilte Calomel bilden beide weisse amorphe Pulver. Das Quecksilberchlorür hat weder Geruch noch Geschmack, ist in kaltem Wasser unlöslich, kochendes zersetzt es in geringem Grade in Chlorid und Metall; von kaltem Weingeist wird es nicht aufgelöst, kochender aber zersetzt es in stärkerem Grade als siedendes Wasser. Der Calomel sublimirt ohne zu schmelzen, wobei er, wenn diess wiederholt geschieht, eine theilweise Zersetzung in Chlorid und metallisches Quecksilber erleidet; am Lichte erfolgt dieselbe Zersetzung, wobei er sich grau färbt. Mit Salzsäure gekocht, zerfällt er in Chlorid und Metall. Durch kochende Salpetersäure wird er in Chlorid und salpetersaures Oxyd umgewandelt.

Calomel ist zu untersuchen auf metallisches Quecksilber und auf Quecksilberchlorid; im ersteren Falle besitzt derselbe eine graue Farbe, im anderen erleidet das damit angeriebene kalte und dann abfiltrirte Wasser auf Zusatz von Schwefelwasserstoff-Ammoniak eine schwarze Trübung.

Digitized by Google

Quecksilberchlorid.

Hg Cl.

(Aetzender Quecksilbersublimat, Weisser oder fressender Sublimat; Hydrargyrum bichloratum, Hydrargyrum muriaticum corrosivum, Mercurius sublimatus albus seu corrosivus; Deutochlorure de mercure, Sublimé corrosif; Bichloride of mercury, Corrosive chloride of mercury, Corrosive sublimate.)

12 Pf. trocknes schwefelsaures Quecksilberoxyd werden in einer porcellanenen oder serpentinsteinernen Reibschaale zerrieben und mit 13 Pf. gepulvertem, vollkommen trocknem Kochsalz innig vermischt, worauf das Gemenge in eine Glasretorte gegeben wird, von deren Halse man einige Zoll abgesprengt hatte und welche höchstens zu $\frac{1}{3}$ damit angefüllt sein darf. Die Retorte wird in eine Kapelle auf eine 1″ hohe Sandunterlage eingelegt und anderthalb Hand breit höher mit Sand umschüttet, als das Gemenge in der Retorte steht; sodann schiebt man einen Kolben vor, verklebt die Fugen mit Mehlkleister und Papier und lässt nur eine kleine Oeffnung für den Austritt der atmosphärischen Luft. Man besetzte in der Regel sechs Retorten mit gleichen Mischungen, wie angegeben, und trieb den Sublimat in einem dafür bestimmten Ofen mit sechs Kapellen auf, deren jede durch ein eigenes Feuer geheitzt wurde.

Es wird zuerst schwaches Feuer gegeben, welches man nach und nach verstärkt. Das Ende der Operation erkennt man daran, dass beim Hinwegschieben von Sand sich auf der Oberfläche des gebildeten Glaubersalzes keine weisse Stellen mehr zeigen. Man muss sich hüten, zu stark zu feuern, weil andernfalls das bereits aufgetriebene Produkt ganz oder zum Theil schmelzen und in Form öliger Streifen an den Seiten der Retorte wieder herabfliessen und dadurch die Arbeit in die Länge gezogen werden würde.

Sobald die Sublimation beendigt ist, entfernt man sämmtliches Feuer, lässt die Heitzthür offen und zieht die Retorte so weit aus dem Sande empor, als das gebildete Glaubersalz in der-

Quecksilberchloridamid.

$Hg\,Cl + NH_2\,Hg$ und $Hg\,Cl + NH_2\,Hg + 2\,HO$.

(Weisser Quecksilberniederschlag, Weisser Präcipitat, Alembrothsalz; Hydrargyrum bichloratum ammoniatum, Hydrargyrum ammoniato-muriaticum, Hydrargyrum muriaticum praecipitatum, Mercurius praecipitatus albus, Sal alembroth; Chlorure de mercure ammoniacal précipité, Sel alembroth; Ammoniated mercury, White Precipitate.)

1. Mittelst Aetzammoniak. — $Hg\,Cl + NH_2\,Hg$.

Das aus 50 Pf. schwefelsaurem Quecksilberoxyd und 55 Pf. Kochsalz durch Sublimation in 4 Retorten erhaltene Quecksilberchlorid (43¾ Pf.) wird sammt den kleineren Retortenstücken in 4 grosse irdene Schüsseln vertheilt, mit heissem Wasser übergossen und das Auflösen durch Umrühren mit einem hölzernen Spatel befördert; die klare Auflösung gibt man in einen Bottich, in welchem sich bereits 45 Eimer kaltes destillirtes Wasser befinden. Nach vollständigem Erkalten setzt man der Auflösung unter Umrühren so lange Aetzammoniakauflösung hinzu, als noch ein Niederschlag hervorgebracht wird. Man lässt denselben 24 Stunden lang sich setzen, zapft die überstehende Flüssigkeit ab, bringt denselben, ohne ihn weiter mit Wasser zu behandeln — welches längeres Auswaschen nur zersetzend auf ihn einwirken und die Ausbeute vermindern würde — auf Spitzbeutel, drückt und presst die anhängende Flüssigkeit so viel als möglich aus, trocknet ihn auf mit Papier belegten Horden in gelinder Wärme und bewahrt ihn in vor Lichtzutritt geschützten Glasflaschen auf. Zur Zersetzung des aus 50 Pf. schwefelsaurem Quecksilberoxyd erhaltenen Chlorides wurden 56½ bis 57¼ Pf. Aetzammoniakauflösung von 0,960 sp. Gew. verbraucht und im Durchschnitt 41¼ Pfund weisser Präcipitat erhalten.

2. Mittelst kohlensaurem Natron.

$Hg\,Cl + NH_2\,Hg + 2\,HO$.

Man wandte nachstehende Darstellungsweise einigemal an, weil das Präparat ausdrücklich danach bereitet verlangt wurde.

16 Pfund Quecksilberchlorid und 16 Pf. reiner krystallisirter Salmiak wurden in vier grossen irdenen Satten in heissem destillirtem Wasser aufgelöst. Man gab die Auflösung in den für dieses Präparat gebrauchten Bottich, in welchem sich bereits 14 Eimer kaltes destillirtes Wasser befanden, liess vollständig erkalten und fügte unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel so lange eine Auflösung von kohlensaurem Natron hinzu, als noch ein Niederschlag erzeugt wurde. Es ist nöthig dahin zu sehen, dass man nicht mehr Sodasalz hinzusetze, als eben zur Präcipitation erforderlich ist, weil durch einen Ueberschuss desselben das Präparat zum Theil zersetzt und nach dem Trocknen gelblich wird; ein Gleiches findet statt, wenn man den Niederschlag zu lange mit Wasser wäscht, weil auch hier partielle Zersetzung eintritt.

Sobald der Niederschlag sich gehörig abgesetzt hat, wird die überstehende Flüssigkeit abgelassen, er selbst auf einen Spitzbeutel gegeben, und wenn die Salzlauge vollkommen abgelaufen ist, bringt man ihn zurück in den Bottich, giesst etwa 6 Eimer destillirtes Wasser hinzu, rührt um und lässt absetzen. Nach dem Absetzen wird das Waschwasser durch die Zapflöcher abgelassen und der Präcipitat noch einmal mit 4 bis 5 Eimer Wasser übergossen, worauf man denselben auf den Spitzbeutel bringt; wenn die anhängende Flüssigkeit abgetropft ist, drückt und presst man ihn, und trocknet ihn auf Papier in gelinder Wärme; derselbe wird vor Lichtzutritt geschützt in Glasflaschen aufbewahrt. — Zur Zersetzung von 16 Pf. Chlorid und 16 Pf. Salmiak wurden 24½ Pf. krystallisirtes kohlensaures Natron erfordert und 15½ Pf. weisser Präcipitat erhalten.

Das Quecksilberchloridamid erscheint in dichten, klingenden mässig schweren Stücken von sehr weisser Farbe, ist geruchlos, wenig metallisch schmeckend, in Wasser und in Alkohol völlig unauflöslich. In Salzsäure und in Salpetersäure löst sich der weisse Präcipitat sehr leicht auf; fixe Alkalien und alkalische Erden entwickeln daraus Ammoniak, färben denselben gelblich, ohne ihn jedoch vollständig zu zerlegen. In der Hitze verflüchtigt sich der mittelst Aetzammoniak bereitete vollständig, ohne zu schmelzen, unter Bildung von Ammoniak, Stickstoff und Queck-

Digitized by Google

silberchlorür; der andere schmilzt, ehe er sich verflüchtigt, zu einer gelblichen Flüssigkeit. Der erstere enthält meistens etwas Salmiak, dessen Gegenwart zu entschuldigen ist.

Cyanquecksilber.

Hg Cy.

(Quecksilbercyanid, Blausaures Quecksilberoxyd; Hydrargyrum cyanatum, Hydrargyrum hydrocyanicum, seu borussicum, s. zooticum; Cyanure ou Deutocyanure de mercure, Prussiate de mercure; Cyanuret of mercury, Bicyanide or Bicyanuret of mercury, Prussiate of mercury.)

Man stellt das Cyanquecksilber auf verschiedene Weise dar, dadurch, dass man Berlinerblau und Quecksilberoxyd in der Wärme mit Wasser behandelt, oder Kalium-Eisencyanür und schwefelsaures Quecksilberoxyd mit Wasser kocht, oder Quecksilberoxyd direkt in Blausäure auflöst; auf letztgenannte Art ist dasselbe meistens und in nicht unansehnlichen Mengen von mir bereitet worden.

Vier Pfund gelbes Blutlaugensalz werden ganz genau wie in dem Artikel »Blausäure« angegeben, mit 3 Pf. Schwefelsäure und 10 Pf. Alkohol von 80 % Stärke in einem Glaskolben in der Wärme behandelt. Die durch langsame Destillation gewonnene Blausäure vertheilt man in zwei Stöpselflaschen und setzt so lange fein präparirtes Quecksilberoxyd unter fleissigem Umschütteln hinzu, bis nichts mehr davon aufgelöst wird. Man lässt das unaufgelöste Oxyd sich absetzen, giesst den nächsten Tag die Flüssigkeit klar ab, und filtrirt den letzten trüben Antheil derselben durch Papier. Sämmtliche klare Flüssigkeit gibt man unter Zusatz von 2 Pfund Wasser in eine Retorte, setzt dieselbe in eine Sandkapelle ein, legt einen Kolben vor, lutirt die Fugen mit Mehlkleister und Papier und destillirt langsam so weit ab, bis etwa 3 Pf. Flüssigkeit in der Retorte zurückbleiben. Sobald sich die Vorlage ziemlich abgekühlt hat, schneidet man das Lutum ab,

nächsten Bereitung der Blausäure; wenn derselbe dazu nicht mehr stark genug, muss er nebst anderem schwachem Weingeist durch Destillation über geschmolzenes Chlorcalcium mehr entwässert werden. Den Schnabel der Retorte verbindet man mit etwas dichtem Leinen, um einer Verunreinigung der in derselben enthaltenen Lauge durch Schmutz vorzubeugen und lässt sie bis zum völligen Erkalten des Sandes in der Kapelle stehen. Nach zwei Tagen ruhigen Stehens wird eine beträchtliche Menge Cyan-Quecksilber in regelmässigen Krystallen angeschossen sein; es werden dieselben auf einem Glastrichter gesammelt, mit etwas schwachem Alkohol bespritzt, zwischen Druckpapier getrocknet und in einem verschlossenen, gegen das Licht geschützten Glase aufbewahrt. Die rückständige Lauge dampft man in der Retorte in einer Kapelle oder in einer porcellanenen oder gläsernen Schaale im Sandbade weiter zur Krystallisation ein, lässt erkalten und verfährt mit den Krystallen wie angegeben. Die allerletzte Mutterlauge, welche kein verkäufliches Salz mehr gibt, giesst man in eine der Flaschen, in welchen sich unaufgelöstes rothes Quecksilberoxyd befindet, und benutzt dieselbe auf diese Weise mit zu neuen Ansätzen des Cyanquecksilbers.

Von 4 Pf. Kalium-Eisencyanür,
3 Pf. concentrirter Schwefelsäure,
10 Pf. Alkohol zu 80 % und
$2\frac{1}{16}$ Pf. präparirtem rothem Quecksilberoxyd
wurden erhalten $3\frac{1}{8}$ Pf. krystallisirtes Quecksilbercyanid,
$1\frac{1}{4}$ Pf. unreines Berlinerblau,
welches nach dem Aussüssen für gewöhnlichen Anstrich recht gut gebraucht werden konnte, und
$9\frac{3}{4}$ Pf. Alkohol zu 60 %. —

Das Cyanquecksilber krystallisirt in weissen, meistens undurchsichtigen, vierseitigen Säulen und Pyramiden, ist geruchlos, schmeckt metallisch, scharf, ist luftbeständig, löst sich in 10 Th. kaltem Wasser auf, bedarf von kochendem weniger, auch in Weingeist, doch weniger als in Wasser. Es wird durch Erhitzen in seine Bestandtheile zerlegt. Salpetersäure und Schwefelsäure lösen es ohne Zersetzung auf, auch Kalilauge zerlegt es nicht. Salzsäure aber und Schwefelwasserstoff bewirken, unter Bildung von Blausäure, Zersetzung.

Digitized by Google

Reines Quecksilberoxydul.

Hg_2O.

(Hydrargyrum oxydulatum purum, Mercurius cinereus Moscati; Protoxide de mercure; Protoxide or black oxide of mercury.)

Man bereitet sich von $\frac{1}{4}$ Pf. geschmolzenem chemisch reinem Aetzkali und der nöthigen Menge Wasser eine Auflösung von etwa 1,20 sp. Gew. und reibt mit dieser in einem porcellanenen Mörser 1 Pfund — am besten präcipitirtes — Quecksilberchlorür eine bis anderthalb Stunden lang tüchtig und anhaltend durcheinander. Sodann bringt man Alles auf ein über einen Tenakel gespanntes dichtes, weisses leinenes Tuch und süsst, wenn die Lauge abgelaufen, so lange an einem nicht vom Tageslichte beschienenen Platze mit destillirtem Wasser aus, bis das Ablaufende keine alkalische Reaction mehr zeigt und durch Silbersolution nicht mehr getrübt wird; das schwarze Pulver wird bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet und in einer vor Licht geschützten Glasflasche aufbewahrt. Es wurden zum Aussüssen 45 Quart destillirtes Wasser verbraucht und man erhielt $13\frac{5}{8}$ Unzen als ein von Oxyd und Salzsäure freies fast ganz schwarzes Pulver.

Das reine Quecksilberoxydul bildet ein schwarzes, meistens etwas ins Grüne stechendes Pulver, ist geruch- und geschmacklos, unauflöslich in Wasser und Weingeist, und wird durchs Sonnenlicht desoxydirt. In der Hitze nimmt es zuerst eine röthliche Farbe an, wobei es sich in Oxyd und Metall verwandelt und verflüchtigt sich endlich, in Metall und Sauerstoff zerfallend, vollständig. In Salpetersäure löst es sich rasch und ohne Aufbrausen auf; die Auflösung darf durch Silbersolution nicht getrübt werden, im anderen Falle enthält es Chlorkalium.

Digitized by Google

Quecksilberoxyd.

Hg O.

(Rother Quecksilber-Präcipitat; Hydrargyrum oxydatum rubrum, Mercurius praecipitatus ruber; Deutoxide de mercure, Précipité rouge; Peroxide of mercury, Red oxide of mercury, Red precipitate.)

In eine 12 Quart-Retorte gibt man 6 ¾ Pf. käufliches Quecksilber, 9 Pf. (durch einmaliges Aufkochen) entfärbte Salpetersäure von 36° B. und 3 Pf. Wasser, setzt die Retorte auf eine anderthalb Zoll hohe Sandunterlage in eine Kapelle ein, neigt den 2 bis 2 ½ " lang abgesprengten Hals derselben etwas abwärts, schiebt eine gläserne oder irdene Vorlage an und umschüttet die Retorte bis an deren Wölbung mit Sand. In das in den Bauch des Glaskolbens gebohrte Loch oder in den Tubulus der irdenen Birnvorlage (m. s. in den Artikeln »Salpetersäure« und »Zinnsalz«) steckt man den kurzen Schenkel eines gebogenen Glasrohrs, wobei man die Vorlage so dreht, dass das Loch oder der Tubulus derselben nicht nach Oben, sondern nach der Seite gekehrt ist, und lässt den längeren Schenkel der Glasröhre etwa 1" unterhalb der Oberfläche vom Wasser münden, mit welchem man eine kleine Flasche halb gefüllt hatte; das Glasrohr verkittet man mit geknetetem Lehm oder Thon, und so auch die Fugen zwischen den Hälsen der Retorte und Vorlage. Man gibt im Anfange schwaches Feuer und verstärkt dasselbe nach und nach nur wenig, bis alles Quecksilber aufgelöst und die Flüssigkeit überdestillirt ist, weil im entgegengesetzten Falle die Flüssigkeit spritzen und das gebildete Salz an den Seiten und hoch oben in der Wölbung der Retorte theilweise sich anlegen würde, welches nach Beendigung der Operation mühsam vom Glase abzubringen ist und ein schlechtes, matt aussehendes, pulveriges Oxyd gibt. Die in der Retorte verbliebene, nunmehr trocken gewordene, gelblich weisse Masse wird jetzt stärker und so lange erhitzt, bis keine braungelben Dämpfe sich mehr entwickeln, sondern ein in den Retortenhals gesteckter glimmender Holzspahn zu brennen anfängt, mithin Sauerstoffgas zu entwickeln beginnt und der Retorteninhalt eine dunkelbraunrothe, fast schwarze Farbe angenommen hat. Man entfernt das Feuer, lässt die Heitzthüre etwas offen und die Retorte bis zum nächsten Tage ruhig in der Kapelle liegen. Nach

einen ekelhaften metallischen Geschmack, löst sich höchst unbedeutend in Wasser auf, nicht in Alkohol. Es nimmt in der Hitze eine sehr dunkle Farbe an, welche beim Erkalten in die ziegelrothe zurückgeht, in dunkler Rothglühhitze aber zerfällt es in Sauerstoffgas und Quecksilberdämpfe. Das Quecksilberoxyd ist auf eine Verunreinigung durch Salpetersäure (basisch salpetersaures Salz) zu untersuchen, sowie auf Zinnober, Mennige und Ziegelmehl, mit welchen Substanzen dasselbe verfälscht vorgekommen ist.

Neutrales schwefelsaures Quecksilberoxyd.

$$Hg\,O,\,S\,O_3.$$

(Hydrargyrum [oxydatum] sulphuricum; Deutosulfate de mercure; Sulphate of mercury.)

Vier grosse Retorten werden, eine jede mit 24 Pf. Quecksilber und 30 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. beschickt und dieselben in einen Ofen mit 4 Kapellen, welcher durch ein Feuer geheitzt wird, eingesetzt. Man legt Vorlagen an, welche durch Glasröhren mit gläsernen Säureballons, in denen Wasser vorgeschlagen, verbunden sind, um die sich erzeugende schwefelige Säure (m. s. bei dieser) zu absorbiren. Sobald das Klebwerk etwas angetrocknet ist, gebe man Feuer, welches nach und nach bis zum Sieden der Retorten-Inhalte verstärkt und so lange unterhalten wird, bis dieselben eine feuchte Salzmasse bilden, worauf man die Hitze zum vollkommnen Trockenwerden der Masse steigert. Man entfernt sodann das Feuer, und lässt völlig erkalten, worauf der Apparat auseinandergenommen, die Retorten auf Papier gesetzt, zerschlagen und deren Inhalte in mit Korkspunden verschliessbaren irdenen Töpfen mit engen Mündungen aufbewahrt werden. Von 96 Pf. Quecksilber werden 144 Pf. schwefelsaures Salz erhalten, welches meistens zur Darstellung von Sublimat und Calomel

Digitized by Google

verbraucht und äusserst selten im Handel verlangt wird. Die als Nebenprodukt gewonnene schwefelige Säure anlangend, so ist in dem betreffenden Artikel das Nähere bereits angegeben worden.

Neutrales schwefelsaures Quecksilberoxyd bildet eine weisse, bröckliche, krystallinische Masse, welche geruchlos ist, herb und ekelhaft metallisch schmeckt. Durch Wasser wird es zersetzt in ein saures Salz, welches aufgelöst bleibt, und in ein basisches, welches sich absetzt; in der Hitze wird es gelb, dann braun, nimmt aber beim Erkalten seine weisse Farbe wieder an; bei stärkerer Erhitzung sublimirt dasselbe, wobei es theilweise in Schwefelsäure und Oxyd zerlegt wird, und dieses in Metall und Sauerstoff zerfällt. Das Salz ist, wenn nicht vollkommen weiss, sondern grau, auf metallisches Quecksilber zu untersuchen.

Basisch schwefelsaures Quecksilberoxyd.

$3HgO, SO_3$.

(Mineralischer Turpeth, Gelber Präcipitat; Hydrargyrum [oxydatum] subsulphuricum, Turpethum minerale s. mercuriale, Mercurius praecipitatus flavus; Sous-Deutosulphate de mercure, Turbith mineral; Subsulphate, or Yellow sulphate of mercury, Turpeth mineral.)

Fünf Pfund trocknes schwefelsaures Quecksilberoxyd übergiesse man in einer grossen porcellanenen oder irdenen Schüssel mit 15 Quart heissem destillirtem Wasser, erhitze unter stetem Umrühren mit einem hölzernen Spatel zum Sieden, unterhalte dasselbe $\frac{1}{4}$ Stunde hindurch und entferne die Schaale alsdann aus der Wärme. Sodann lasse man das entstandene gelbe Pulver absetzen, giesse die klare Flüssigkeit in einen Steintopf ab, bringe abermals 10 Quart heisses Wasser auf den gelben Niederschlag und siede wiederum für $\frac{1}{4}$ Stunde. Nach dem Entfernen aus der Wärme lasse man absetzen, giesse die klare Flüssigkeit der im Topfe befindlichen hinzu, bringe den gelben Niederschlag auf ein

Digitized by Google

über einen Tenakel ausgespanntes leinenes Tuch, und wenn sämmtliche Flüssigkeit abgelaufen, süsse man mit noch etwa 2 Quart heissem Wasser aus. Hierauf trockne man das Präparat bei gelinder Wärme im Schatten und bewahre es, vor Lichtzutritt geschützt, in einer dunkelen oder schwarz angestrichenen Glasflasche auf. Die zurückgebliebene, saures schwefelsaures Quecksilberoxyd enthaltende, Flüssigkeit wird durch Aetzkalilauge zersetzt, das gefällte Oxyd vollständig mit Wasser ausgesüsst, getrocknet und wegen seines höchst feinen Agregatzustandes am besten zur Bereitung von Cyanquecksilber oder als präparirter rother Präcipitat verwendet; oder man schlägt das Quecksilber aus der Auflösung des sauren schwefelsauren Salzes durch Kupfer metallisch nieder.

Von 5 Pf. neutralem schwefelsaurem Quecksilberoxyd, 27 Qu. destillirtem Wasser und 3 Pf. Aetzkalilauge zu 1,340 sp. Gew. bei einem Kostenaufwande von 10 Sgr. für Arbeitslohn und Kohlen, wurden $3\frac{9}{16}$ Pf. basisch schwefelsaures Quecksilberoxyd und $\frac{11}{16}$ Pf. präcipitirtes rothes Oxyd gewonnen.

Der mineralische Turpeth bildet ein hellcitronengelbes Pulver, ist geruchlos, widrig metallisch schmeckend und unauflöslich in Wasser. Am Licht wird er grau und in der Hitze zersetzt, wobei er in neutrales Salz, Sauerstoff und Metall zerfällt.

Salpetersaures Quecksilberoxydul.

$$Hg_2\ O,\ NO_5 + 2HO.$$

(Quecksilbersalpeter; Hydrargyrum oxydulatum nitricum, Mercurius nitrosus; Protonitrate de mercure; Protonitrate of mercury.)

In eine grosse Flasche oder in einen Kolben gebe man 5 Pf. Quecksilber, 2 Pf. destillirtes Wasser und 7 Pf. reine Salpetersäure von 1,22 sp. Gew., schüttele um, setze das Gefäss im Winter ins Freie, im Sommer in den Keller in eine Schüssel mit

besitzt einen scharfen, herben Metallgeschmack, röthet Lackmuspapier und färbt die Haut braun. Es löst sich unter Zusatz von $\frac{1}{8}$ seines Gewichts reiner Salpetersäure vollständig in Wasser auf; durch reines Wasser wird es in Oxydsalz und Metall zersetzt und durch Kochen mit Wasser in einen gelben Körper, aus Metall, überbasischem Oxydsalz und unzerlegtem Oxydulsalz bestehend, zerlegt. (Salpeterturpeth; Sous-Protonitrate de mercure; Turbith nitreux.)

Salpetersaures Quecksilberoxydul-Ammoniak.

$(Hg_2\ O + NO_5) + (NH_2 + Hg_2)$, $+ (Hg\ O + NO_5) + (NH_2 + Hg)$; oder $NH_4\ O + 3\,Hg_2\ O + NO_5$.

(Hahnemann's auflösliches Quecksilber; Hydrargyrum oxydulatum nitricum ammoniatum, Hydrargyrum oxydulatum nigrum, Mercurius solubilis Hahnemanni; Mercure soluble d'Hanemann; Soluble mercury of Hahnemann.)

Drei Pfund trocknes salpetersaures Quecksilberoxydul werden in einer porcellanenen Schaale oder in einer irdenen Schüssel mit einem Gemisch von $\frac{3}{8}$ Pf. reiner Salpetersäure von 1,22 sp. Gew. und 6 Pf. destillirtem Wasser angerieben, dann nach und nach noch 11 Quart Wasser hinzugegeben, worauf man die Schüssel auf einen mässig warmen Platz des Sandbades stellt und durch Umrühren mit einem Glasstabe das Auflösen des Salzes unterstützt; andere 3 Pf. Oxydulsalz werden mit denselben Säure- und Wassermengen in einer zweiten Schüssel ebenso behandelt. Sobald das Salz vollständig aufgelöst ist, wird die erhaltene Solution, wenn nöthig, filtrirt und in einen Bottich gegeben, in welchem sich bereits 18 Eimer destillirtes Wasser befinden. Nach dem völligen Erkalten dieser diluirten Auflösung befestigt man auf dem Rande des Bottichs ein schmales Querholz, in dessen Mitte ein $\frac{1}{2}$zölliges Loch eingebohrt ist, durch welches man einen langen Glastrichter steckt, dessen unten engauslaufende Röhre einige Zoll tief in die Flüssigkeit hinabreicht. Durch diesen über der Mitte

Digitized by Google

ihnen enthaltene Quecksilbersalz durch Aetzkali- oder Aetznatronlauge, wäscht den Niederschlag aus, behandelt denselben mit Salpetersäure und verwendet das entstandene salpetersaure Salz zu rothem Oxyd, von welchem $2\frac{3}{8}$ bis $2\frac{9}{16}$ Pf., also durchschnittlich $2\frac{5}{32}$ Pf. erhalten wurden.

Hahnemann's auflösliches Quecksilber bildet ein zartes, sammetschwarzes Pulver, welches geruch- und geschmacklos und unauflöslich in Wasser und Weingeist ist. Es enthält stets auch metallisches Quecksilber, welches unter starker Vergrösserung leicht wahrzunehmen ist. Wird es, mit etwas Wasser befeuchtet, in der Hand gerieben, so scheiden sich Quecksilberkügelchen aus. Reine Salpetersäure von 25° B. löst es unter Zurücklassung von salpetersaurem Quecksilberoxyd-Ammoniak, bei längerer Wärmeeinwirkung aber vollständig auf. In concentrirter Essigsäure ist das Präparat in der Wärme unter Hinterlassung des beigemengten metallischen Quecksilbers auflöslich; ätzende Kali- oder Natronlauge entwickelt daraus Ammoniak. In der Hitze verflüchtigt es sich, unter Zersetzung in Wasser, Stickstoffoxyd und metallisches Quecksilber, vollständig. Das Präparat ist auf salpetersaures Quecksilberoxyd-Ammoniak, und dann sieht es grau oder bräunlichgrau aus, und auf schwarzes Schwefelquecksilber zu untersuchen. Mir sind einigemal solche Artikel vorgekommen, welche Schwefelquecksilber enthielten; wahrscheinlich hatten dieselben eine graue Farbe, und um sie schwarz zu färben, hatte man ihnen beim oder nach dem Zerreiben zu Pulver Schwefelammonium zugesetzt. Ein solches Präparat entwickelt auf glühenden Kohlen den Geruch nach schwefliger Säure.

Digitized by Google

Salpetersäure Quecksilberoxyd-Auflösung zu 17° B. für Färber.

$$Hg\,O,\ NO_5 + x\,HO.$$

(Hydrargyrum [oxydatum] nitricum liquidum; Deutonitrate de mercure acide, liquide; Liquid pernitrate of mercury.)

Drei Pfund gewöhnliches Quecksilber übergiesst man in einer 10 Quart-Retorte mit 6 Pf. schwefel- und möglichst salzsäurefreier Salpetersäure von 40° B., legt sie in eine Sandkapelle ein, schiebt eine Vorlage an, welche nicht lutirt wird, und digerirt bei mässiger Wärme so lange, bis das Quecksilber völlig in Oxyd verwandelt worden ist, d. i. bis Chlorkalium, Chlornatrium oder Salzsäure keine Trübung in der Auflösung mehr hervorbringt; die in die Vorlage übergehende Flüssigkeit wird während der Operation einigemal in die Retorte zurückgegossen. Die erhaltene concentrirte salpetersaure Quecksilberoxydsolution wird mit destillirtem oder mit klarem Regenwasser zu 20° Beck (= 17° Beaumé oder 1,133 sp. Gew.) gemischt; es wurden 35 Pf. einer wasserklaren und ungefärbten Flüssigkeit erhalten.

Essigsaures Quecksilberoxydul.

$$Hg_2\,O + \overline{A}.$$

(Hydrargyrum [oxydulatum] aceticum, Mercurius acetatus; Protoacétate de mercure; Protoacetate of mercury.)

Ein und ein halbes Pfund krystallisirtes salpetersaures Quecksilberoxydul werden in einer grossen irdenen Schüssel mit einem Gemisch von $\frac{3}{16}$ Pf. reiner Salpetersäure zu 25° B. und 3 Pf. destillirtem Wasser angerieben und noch 6 Quart Wasser hinzugesetzt; man setzt die Schüssel auf einen mässig warmen Platz des Sandbades und unterstützt das Auflösen des Salzes durch

Digitized by Google

Umrühren mit einem Glasstabe. Nachdem das Salz vollständig aufgelöst ist, wird filtrirt, die Solution mit 12 Quart Wasser verdünnt und darauf mit einer Auflösung von essigsaurem Kali oder essigsaurem Natron niedergeschlagen. Man bedeckt die Schüssel mit einem reinen hölzernen Deckel und lässt den krystallinischen Niederschlag absetzen, worauf die klare Flüssigkeit durch einen Glasheber abgezogen, der Niederschlag auf einem über einen Tenakel ausgespannten weissen leinenen Tuche gesammelt, mit wenig Wasser gewaschen, in bedeckten Papierkapseln auf mehrfach zusammengelegtem Papier an der Luft getrocknet und, vor Lichtzutritt geschützt, in Stöpselflaschen mit weiten Mündungen aufbewahrt wird. Zur Zersetzung der angewandten 1¼ Pf. salpetersauren Quecksilberoxyduls wurden 1 3/16 Pf. reines essigsaures Kali erfordert und erhielt man 1⅜ Pf. essigsaures Oxydulsalz.

Das essigsaure Quecksilberoxydul erscheint in feinen weissen, atlasglänzenden Schuppen, die sich weich und fettig anfühlen, unbedeutend nach Essigsäure riechen und schwach metallisch schmecken. Es erfordert über 300 Th. kaltes Wasser zu seiner Auflösung, von warmem bei weitem weniger, die Auflösung reagirt sauer. In kaltem Weingeist ist es unauflöslich, kochender zersetzt dasselbe in essigsaures Oxydsalz und in Metall. Beim Erhitzen in einer Glasröhre zersetzt es sich in Essigsäure, Brandprodukte, metallisches Quecksilber und Kohle. Das Präparat kann, wenn nicht hinreichend ausgewaschen, salpetersaures Kali (oder Natron) enthalten; in diesem Falle hinterlässt es beim Glühen an der Luft kohlensaures Kali (oder kohlensaures Natron).

Jodsaures Quecksilberoxydul.

$$Hg_2O + JO_5$$

(Hydrargyrum oxydulatum jodicum s. jodinicum s. oxyjodinicum; Protojodate de mercure; Protojodate of mercury.)

Ein Pfund salpetersaures Quecksilberoxydul wurde in einem porcellanenen Mörser mit 2 Pf. destillirtem Wasser und ⅛ Pf.

reiner Salpetersäure von 25° B. angerieben, darauf das Ganze in eine grosse Porcellanschaale gegeben, noch 5 Quart Wasser hinzugesetzt, auf einen mässig warmen Platz des Sandbades gestellt und mit einem Glasstabe öfters umgerührt; nach dem vollständigen Auflösen des Salzes wurde filtrirt und die Solution in einen irdenen Topf gegeben. In einer anderen porcellanenen Schaale wurden $\frac{1}{8}$ Pf. jodsaures Kali in 13 Pf. heissen destillirten Wassers aufgelöst, und sobald die Auflösung erkaltet, fügte man von derselben so lange unter Umrühren mit einem Glasstabe der Quecksilberoxydulsolution hinzu, als noch Niederschlag entstand. Nach dem Absetzen des Niederschlags wurde die Flüssigkeit dekantirt, derselbe wieder mit 6 Quart destillirtem Wasser übergossen, der Ruhe überlassen, nach dem Abklären das Waschwasser abgelassen, der Präcipitat auf ein Filter gebracht, vollständig ausgesüsst, in gelinder Wärme getrocknet und vor Licht geschützt in einer Stöpselflasche aufbewahrt.

Da die aufgelösten $\frac{1}{8}$ Pf. jodsaures Kali nicht gänzlich verbraucht worden waren, verdunstete man die rückständige Flüssigkeit in einer porcellanenen Schaale und erhielt $1\frac{1}{4}$ Unze des Salzes zurück, folglich hatte man $12\frac{3}{4}$ Unzen jodsaures Kali zur Zersetzung von 1 Pf. salpetersaurem Quecksilberoxydul nöthig gehabt; es wurden $17\frac{3}{4}$ Unzen jodsaures Quecksilberoxydul gewonnen.

Das jodsaure Quecksilberoxydul bildet ein zartes weisses Pulver, welches weder Geruch noch Geschmack besitzt und sich höchst unbedeutend in Wasser auflöst, durch Salzsäure unter Abscheidung von Jod leicht, durch Schwefelsäure erst in der Wärme zersetzt wird; in der Hitze wird es gleichfalls zerlegt. Ist das Präparat nicht rein weiss, sondern gelblich oder grünlich gefärbt, dann enthält es Quecksilberjodür, und das angewandte jodsaure Kali war jodkaliumhaltig.

Digitized by Google

Jodsaures Quecksilberox

$$Hg\,O,\,JO_5 + HO.$$

(Hydrargyrum oxydatum jodicum, s. jodinicum, s. oxy
de mercure; Perjodate of mercur

1 Pf. jodsaures Kali und $\frac{3}{4}$ Pf. zerriebene wurden in einer porcellanenen Schaale in 12 Wasser aufgelöst, die Auflösung wurde schne das Sandbad gebracht, nochmals gut durchwä Krystallisation an einen kalten Platz gestellt. den angeschossenen Krystalle sammelte man und dampfte die Lauge weiter zur Krystallis fast nur Chlorkalium enthaltende Lauge wurd

Man erhielt $1\frac{1}{8}$ Pf. jodsaures Quecksilber durchsichtigen, milchweissen, zusammenhänger ziemlich schwer in Wasser, nicht in Weingei Salz wird in der Hitze zersetzt. Der durc wirkte weisse Niederschlag muss sich mit S der Wärme) behandelt, vollkommen auflösen, u darf in dessen Auflösung keine Veränder

---

Phosphorsaures Quecksilber

$$2\,Hg_2\,O + HO + PO_5$$

(Hydrargyrum [oxydulatum] phosphoricum; Protophosp
phate or Protophosphate of merc

Drei Pfund krystallisirtes salpetersaur reibe man in einem porcellanenen oder serpe mit 6 Pf. destillirtem Wasser und $\frac{3}{8}$ Pf. rei 25° B. an, gebe das Ganze in eine irdene

Digitized by Google

12 Quart destillirtes Wasser hinzu; stelle die Schüssel auf einen mässig warmen Platz des Sandbades und rühre hin und wieder mit einem Glasstabe um.

Nachdem das Salz sich aufgelöst hat, wird, wenn nöthig, filtrirt, die Solution in einen Steintopf gegeben und so lange mit einer Auflösung von krystallisirtem reinem phosphorsaurem Natron versetzt, als noch ein Niederschlag hervorgebracht wird, worauf man dem Gemisch $\frac{1}{8}$ Pf. reine Phosphorsäure von 1,135 sp. Gew. hinzufügt und den Niederschlag sich setzen lässt. Man süsst denselben wiederholt so lange mit Wasser aus, bis dasselbe nicht mehr sauer reagirt, trocknet ihn in gelinder Wärme und bewahrt ihn, vor Lichtzutritt geschützt, in einer Glasflasche auf. Zur Zersetzung der angewandten 3 Pf. salpetersauren Quecksilbersalzes wurden 2 Pf. phosphorsaures Natron verbraucht und $2\frac{1}{16}$ Pf. phosphorsaures Quecksilberoxydul erhalten.

Dasselbe bildet ein weisses, krystallinisches, geschmack- und geruchloses Pulver, welches in Wasser und in überschüssiger Phosphorsäure unauflöslich ist. In der Hitze wird es, unter Hinterlassung der Phosphorsäure und einer geringen Menge Quecksilber, zersetzt; in Salpetersäure ist es in der Wärme vollständig auflöslich.

Reines Silber.

Ag.

(Argentum purum; Argent pur, réduit du chlorure; Pure Silver.)

Zur Darstellung von reinem Silber bedient man sich meistens des Chlorsilbers, welches — in Fabriken — durch Zersetzung der bei Bereitung des salpetersauren Silberoxydes verbleibenden kupferhaltigen Laugen mittelst Salzsäure oder Kochsalz; bei Anwendung des letzteren muss ein Ueberschuss vermieden werden, weil

Digitized by Google

das Silberchlorid in Kochsalz-Auflösung nicht ganz unauflöslich ist — und sorgfältiges Auswaschen des Niederschlags erhalten wird. Die Reduction des Chlorsilbers kann auf mehrfache Weise geschehen: durch Glühen desselben mit kohlensaurem Kali, durch Glühen mit ätzendem Kalk, durch Behandeln mit metallischem Eisen und Salzsäure oder durch Sieden desselben mit Aetzkali-Solution und Zucker. Auch gewinnt man reines Silber wohl auf die Art, dass man trocknes salpetersaures Silberoxyd in Wasser löst und mit einer Auflösung von reinem Eisenvitriol behandelt, wodurch das Metall als höchst feines Pulver niedergeschlagen wird. Gewöhnlich habe ich den ersten Weg, Chlorsilber mit kohlensaurem Kali in der Hitze zu behandeln, angewandt.

Zwei Pfund gut ausgesüsstes und vollkommen trocknes Chlorsilber reibt man mit 3 Pf. gereinigter Pottasche in einem Porcellan- oder Serpentinstein-Mörser zusammen, drückt das Gemenge nicht zu fest in einen beschlagenen hessischen Tiegel ein, welcher nur zu etwa $\frac{1}{3}$ damit angefüllt sein darf, legt einen in der Mitte mit einem kleinen Loche versehenen, aus Tiegelmasse gefertigten Deckel auf und verstreicht mit Lehm und Rossäpfeln. Man setzt den Tiegel in einen gut ziehenden Ofen, gibt zuerst gelindes Feuer, welches nach und nach bis zum gelinden Rothglühen des Tiegels verstärkt wird, schüttet sodann so viel Kohlen nach, dass derselbe ganz damit bedeckt ist, und glüht $\frac{3}{4}$ bis 1 Stunde. Nachdem die Kohlen ziemlich weit niedergebrannt sind, nimmt man den Tiegel aus dem Ofen und stellt ihn bis zum völligen Erkalten auf einen erwärmten Backstein; alsdann bringt man denselben, wenn er während des Erkaltens nicht zerriss, in einen eisernen Kessel, übergiesst ihn mit Wasser und erhitzt dasselbe zum Sieden, um die geschmolzene Salzmasse aufzuweichen; nach Entfernung derselben wird man das Silber in einem Klumpen am Boden des Tiegels zusammengeschmolzen finden, welcher sich leicht herausnehmen lässt. Der gut ausgewaschene und nachher scharf getrocknete Tiegel kann später zum Rösten oder schwachen Glühen anderer Substanzen recht gut verwendet werden. Zerreisst oder zerbricht der Tiegel während eines zu schnellen Abkühlens, dann wird er zerschlagen und es kann der Metallklumpen dann um so bälder von der Salzmasse getrennt werden. Wenn die Hitze stark und anhaltend genug ist, findet man niemals Metallkügelchen an den Seitenwänden des Tiegels, sondern sie sind alle am Boden des Tiegels zu einem Kuchen vereinigt.

Von 2 Pf. Chlorsilber erhielt man 1 $\frac{7}{16}$ bis 1 $\frac{5}{12}$ Pf. metallisches Silber, welches im erhitzten Zustande auf dem Amboss gehämmert und darauf ausgewalzt wurde.

Reines Silber besitzt einen schönen weissen Glanz, ist in reiner Salpetersäure vollständig auflöslich und gibt eine farblose Solution. Dasselbe ist auf Chlorsilber, Kupfer, Eisen, Blei zu prüfen.

Schwefelsaures Silberoxyd.

$Ag\,O,\,SO_3$.

(Silbervitriol; Argentum [oxydatum] sulphuricum, Argentum vitriolatum; Sulfate d'argent; Sulphate ov silver.)

Acht Unzen reines salpetersaures Silberoxyd werden in einer Glasflasche in 1 $\frac{1}{2}$ Pf. destillirtem Wasser aufgelöst, dieser Solution fügt man eine Auflösung von $\frac{1}{2}$ Pf. reinem krystallisirtem schwefelsaurem Natron in 2 Pf. destillirtem Wasser hinzu, schüttelt gut um, bringt die breiige Masse auf einen Trichter von Hyalithglas, dessen Röhre man von Oben mit einem Glasstöpsel locker verschlossen hatte und bedeckt den Trichter mit einer ebenfalls dunkelgefärbten Glasplatte. Sobald die Lauge abgetropft ist, wäscht man das Präparat mit 7 bis 8 Pf. destillirtem Wasser nach und nach ab, drückt es mit einem Porcellanspatel oder mit einem dicken Glasstabe nach, um das anhängende Wasser möglichst zu entfernen, und trocknet es, auf einer flachen porcellanenen Schüssel dünn ausgebreitet und vor Lichtzutritt geschützt, bei gewöhnlicher Temperatur; es wird in einer mit Glasstöpsel versehenen weitmündigen Flasche aufbewahrt.

Die Abwaschwasser werden gesammelt und durch Kochsalzlösung niedergeschlagen; das erhaltene Chlorsilber hebt man zur gelegentlichen Reduction auf.

Digitized by Google

Es wurden von 8 Unzen salpetersaurem Silber $5\frac{1}{4}$ bis $5\frac{1}{2}$ Unzen, im Durchschnitt $5\frac{3}{8}$ Unzen schwefelsaures Silberoxyd erhalten.

Dasselbe bildet ein weisses krystallinisches Pulver, welches geruchlos ist und unangenehm metallisch schmeckt. Es löst sich in 200 Th. kaltem und 100 Th. siedendem Wasser auf, die Auflösung reagirt neutral, beim Erkalten der heissen Auflösung krystallisirt es in kleinen Rhombenoctaëdern; in Weingeist ist es unlöslich. Am Lichte färbt es sich nach und nach grau, indem ein Theil Oxyd reducirt wird. In der Hitze schmilzt es und in höheren Hitzgraden entmischt es sich in Sauerstoff, Schwefelsäure und metallisches Silber. Das schwefelsaure Silberoxyd ist auf Chlorsilber und salpetersaures Natron zu prüfen.

Salpetersaures Silberoxyd.

$Ag\,O,\,NO_5$.

(Silbersalpeter; Argentum [oxydatum] nitricum, Nitrum argenti; Nitrate d'argent; Nitrate of silver.)

In einen grossen Glaskolben, den man auf einen in eine grosse irdene Satte gelegten Strohkranz stellt, bringt man $3\frac{1}{2}$ Pf. reine Salpetersäure von 50 ° B. (= 1,53 sp. G.) und verdünnt dieselbe mit eben so viel destillirtem Wasser. Hierauf trägt man 75 Thaler in feinen $\frac{2}{3}$ Stücken auf die Weise in die Säure, dass man den Kolben etwas schräg legt und die feinen Guldenstücke oder feine hannöversche Thaler von 1835 oder 1836 oder aus früherer Zeit (ein solcher wiegt 275 bis 276 Gran) einzeln an dem Rande hinunter in den Kolben rutschen lässt. Sobald das Gepräge der Münzen abgefressen ist und die Temperatur der Flüssigkeit sich vermindert hat, stellt man den Kolben auf einen mässig warmen Platz des Sandbades und lässt ihn daselbst so lange stehen, bis alles Silber aufgelöst ist; alsdann entfernt man den Kolben aus

der Wärme, setzt ihn zum Erkalten zurück in die irdene Schaale, gibt die erkaltete Auflösung in eine Glasflasche, spühlt den Kolben einigemal mit wenig reinem Wasser nach, um alle anhaftende Silbersolution zu erhalten und lässt zum Absetzen möglicherweise darin schwimmender schwärzlicher oder weisslicher Flocken (Gold oder Chlorsilber) bis zum nächsten Tage stehen. Die vollkommen klare Auflösung wird in eine porcellanene Schaale gegeben, der trübe Antheil derselben mit gleichen Theilen reinen Wassers verdünnt, filtrirt, diese Flüssigkeit der in der Schaale befindlichen hinzugesetzt, langsam im Sandbade bis zur Hälfte verdunstet und dann an einem kalten Platze der Ruhe überlassen. Nach 24 stündigem Stehen giesst man die Mutterlauge von den angeschossenen Krystallen ab, sammelt die letzteren auf einem Glastrichter, spühlt sie mit etwas kaltem Wasser ab, trocknet sie in einer mit Papier bedeckten porcellanenen oder gläsernen Schaale und bewahrt sie in einer gegen das Licht geschützten Stöpselflasche mit weiter Mündung auf.

Die rückständige Mutterlauge wird nebst dem Waschwasser weiter zur Krystallisation verdunstet und mit den ausgeschiedenen Krystallen wie vorhin verfahren. Nach einer 4 bis 5 mal durchgeführten Krystallisation fängt das Silbersalz gemeiniglich etwas kupferhaltig zu werden an, weshalb man etwas desselben mit Aetzammoniak zu prüfen hat. Zeigt die ammoniakalische Auflösung eine bläuliche Farbe, dann sammelt man die letzten Anschüsse, löst sie in reinem Wasser wieder auf und reinigt das Salz durch neue Krystallisation vom salpetersauren Kupferoxyd. Die letzten stark blaugefärbten Mutterlaugen schlägt man durch Kochsalzauflösung nieder, wäscht das Chlorsilber gut aus und verwendet es zur Darstellung von reinem Silber (m. s. bei diesem).

Man erhielt von 75 Thalern — eingeschlossen des aus den letzten kupferhaltigen Laugen erhaltenen und in reiner Salpetersäure wieder gelösten Silbers — $3\frac{11}{16}$ bis $3\frac{3}{4}$ Pf. krystallisirtes salpetersaures Silberoxyd (Argentum nitricum crystallisatum; Nitrate d'argent cristallisé; Nitrate of silver in crystals).

Um Höllenstein (Geschmolzenes salpetersaures Silberoxyd; Argentum nitricum fusum, Lapis infernalis, Causticum lunare; Nitrate d'argent fondu blanc et noir, Pierre infernal; Fused nitrate of silver, Lunar caustic); darzustellen, wird das krystalli-

Digitized by Google

sirte salpetersaure Salz in einem silbernen Tiegel über freiem Holzkohlenfeuer, oder in einem porcellanenen Töpfchen mit Dille in heissem Sande geschmolzen. Bei Anwendung des ersteren bedient man sich einer runden Zange mit Charnier, in welcher derselbe über dem Feuer aufgehangen wird. Es wird eine Portion des Silbersalzes von 3 bis 4 Unzen unter beständigem Umrühren mit einem silbernen Spatel oder einem Glasstabe in dem Silbertiegel geschmolzen und, wenn im gleichmässigen Fluss, in eine blanke eiserne Form ausgegossen. Dieselbe ist ebenso construirt, wie die im Artikel »Aetzkali« beschriebene, nur mit dem Unterschiede, dass hier die Kanäle nicht so weit und tief gebohrt oder ausgekehlt sind, als bei jener, folglich dünnere Stangen geben. Sobald die Stangen erstarrt sind, nimmt man sie heraus, schiebt dieselben, um sie nicht zu zerbrechen, vorsichtig in ein niedergelegtes dunkelgefärbtes oder schwarzlackirtes Glas mit weiter Mündung ein und wischt die Kanäle vor jedem Gusse mit Druckpapier aus. Nachdem 4 bis 5 Güsse gemacht worden sind, macht es sich meistens nöthig, die Kanäle der Form mit etwas Olivenöl und feinem Flachswerg (Hede) auszuputzen und, ist dies geschehen, reibt man mit Druckpapier tüchtig nach, um das noch anhängende Oel gänzlich wieder zu entfernen.

Die Anfertigung des schwarzen Höllensteins anlangend (welcher übrigens seltener verlangt wurde), so ist von mir stets ein kupferfreies Silbersalz dazu verwendet worden. Derselbe wird dadurch erhalten, dass, nachdem das angewandte krystallisirte Salz gleichförmig schmilzt, man es so lange im Fluss erhält, bis es die gewünschte dunkelgraue Farbe angenommen hat, dann in die Form giesst und die Stangen, auf Papier ausgebreitet, mehrere Stunden dem Tageslichte (nicht aber direkt den Sonnenstrahlen) aussetzt, und während dieser Zeit hin und wieder umwendet. Man verwendet dazu auch wohl kleinere Stücke vom weissen Höllenstein (Bruch), welche nicht gut verkäuflich sind.

Reinlicher ist es, das salpetersaure Silber, statt im silbernen Tiegel, in einem porcellanenen Töpfchen in heissem Sande zu schmelzen, weil man dabei nicht Gefahr läuft, dass Kohlen- oder Aschenstaub in das schmelzende Salz fliegen. Für diesen Fall erhitzt man den Sand in einer kleinen Schaale von Dampfkessel-Eisen, auf einem gutziehenden kleinen Windofen.

Das reine salpetersaure Silberoxyd krystallisirt in farblosen, durchsichtigen, 4- und 6seitigen Tafeln, welche bitter, scharf metallisch schmecken, ohne Geruch sind, an der Luft unverändert bleiben, in der Wärme etwas blind werden, in gleichen Theilen kaltem, in weniger kochendem Wasser und in 4 Th. siedendem Alkohol sich auflösen; die Auflösungen reagiren neutral, wenn sauer, enthält das Salz freie Salpetersäure. Es schmilzt bei mässiger Hitze zu einer farblosen Flüssigkeit, welche in der Kälte zu einer weissen Salzmasse erstarret, in Stangen gegossen den Höllenstein bildend, welcher sich von dem krystallisirten Salze nur in der Form unterscheidet, ganz weiss ist und auf dem Bruche ein sternförmig-strahliges Gefüge zeigt. In stärkerer Hitze wird das Salz nach und nach vollständig zersetzt, wobei die Salpetersäure, als Untersalpetersäure und Sauerstoff, und der Sauerstoff des Silberoxydes entweichen und metallisches Silber zurückbleibt. Der weisse Höllenstein muss sich vollständig in reinem Wasser auflösen, der schwarze hingegen hinterlässt bei Behandlung mit Wasser einen grauen Rückstand (metallisches Silber), weil derselbe bei seiner Bereitung eine theilweise Zersetzung erlitten hat. Das salpetersaure Silber, und vorzugsweise das geschmolzene, ist auf die Verunreinigungen durch reducirtes Silber, Chlorsilber, Kupfer- und Eisenoxyd und Kalk, und auf die Verfälschungen mit salpetersaurem Kali, salpetersaurem Natron und salpetersaurem Bleioxyd zu untersuchen.

Essigsaures Silberoxyd.

Ag O, $\overline{A}$.

(Argentum [oxydatum] aceticum; Acétate d'argent; Acetate of silver.)

Acht Unzen krystallisirtes, reines salpetersaures Silber löse man in einer grossen Glasflasche in 1½ Pf. destillirten Wassers

Digitized by Google

auf, füge dieser Solution eine Auflösung essigsaurem Kali oder von 8 Unzen essigsau Wasser hinzu, schüttle gut um, bringe d einen dunkelgefärbten Glastrichter, dessen mit einem Glasstöpsel locker verschlossen h Trichter mit einer ebenfalls dunkelgefärbten die Lauge abgetropft ist, wäscht man das destillirtem Wasser nach und nach ab, drü cellanenen Spatel oder mit einem dicken Gl anhängende Wasser möglichst zu entfernen einer flachen porcellanenen Schüssel dünn Lichtzutritt geschützt, bei gewöhnlicher Te einer mit Glasstöpsel versehenen, gegen weitmündigen Flasche aufbewahrt.

Die Waschwasser werden gesammelt auflösung niedergeschlagen; das erhaltene zur Reduction auf. Von den angewandten 8 Silberoxyd erhielt man 5 Unzen essigsaures

Man stellte das essigsaure Silberoxyd saure Salz, auch wohl auf die Weise dar fälltes und gut ausgesüsstes kohlensaures S oder der anderen Säure bis zur Neutralisat beide Salze schwer auflöslich sind, und di lich, zeitraubend und dabei verlustbringend sich nicht, und verdient die andere, das es felsaure Silber auf dem Wege der doppelt darzustellen, den Vorzug.

Das essigsaure Silberoxyd bildet ein Pulver, welches schwach nach Essigsäure haften Metallgeschmack besitzt. Es löst s leichter in heissem Wasser, auch in gering auf; die Auflösungen reagiren neutral. sättigten Lösung krystallisirt es beim Erkal perlmutterglänzenden Nadeln. Am Lichte färbt und hinterlässt beim Auflösen ein welcher nur in Salpetersäure löslich ist; es unter Entwicklung und theilweiser Zers

Digitized by Google

schwefelsaures Silberoxyd und Chlorsilber, sowie auf salpetersaures Kali oder Natron zu prüfen.

Reines Gold.

Au.

(Aurum purum; Or pulvérisé; Pure Gold.)

Sechs Dukaten, an Gewicht 330 Gran, werden mit einer Scheere zerschnitten, die Stückchen in einem kleinen gläsernen Kolben mit einer Mischung von 1 Unze reiner Salpetersäure von 1,22 sp. Gew. und 3 Unzen reiner Salzsäure von 1,130 sp. Gew. übergossen. Man stelle den Kolben auf einen mässig warmen Platz des Sandbades; nachdem alles Gold aufgelöst ist, entferne man denselben aus der Wärme, verdünne die Auflösung mit 5 Unzen destillirtem Wasser, lasse das gebildete Chlorsilber absetzen und filtrire. Die klare Solution verdampft man langsam zur Syrupsconsistenz, um die überschüssige Säure meistens zu entfernen und nimmt das Goldchlorid in 8 Unzen Wasser wieder auf. Hierauf löse man 4 Unzen reinen Eisenvitriol in 8 Unzen heissen destillirten Wassers auf, filtrire, verdünne die Solution in einem grossen gläsernen Cylinder mit 1 ½ Pf. Wasser und setze unter beständigem Umrühren mit einem Glasstabe die Goldsolution hinzu. Sobald sich der erzeugte Niederschlag vollständig gesetzt hat, giesse man die braune (schwefelsaures Eisenoxyd und Eisenchlorid enthaltende) Flüssigkeit vorsichtig von demselben ab, setze dem Bodensatze etwa ½ Unze reiner Salzsäure hinzu, schwenke einige Minuten um, damit die letzten Eisentheile entfernt werden, fülle den Cylinder wieder mit Wasser an, giesse nach dem Absetzen wieder ab und wasche so lange mit Wasser aus, bis dasselbe nicht mehr sauer reagirt, worauf man den Niederschlag (— nicht auf einem Filter sammelt, weil man dadurch an Ausbeute verlieren würde, sondern —) in eine Porcellanschaale spühlt

Digitized by Google

und ihn im Sandbade trocknet. Man erhielt von 6 Dukaten (= 5 Drachmen und 30 Gran) an reinem Golde 5 Drachmen und 10 Gran.

Die Dukaten enthalten, ausser einer geringen Menge Silber, keine anderen Metalle. Hat man eine Legirung von Gold und Kupfer für obigen Zweck zu verarbeiten, dann bleibt das letztere mit dem gebildeten schwefelsauren Eisenoxyde und Eisenchloride in Auflösung. Enthält das Gold möglicherweise aber auch Blei, so wird dieses durch den Eisenvitriol als schwefelsaures Blei gefällt und das Goldpulver dadurch verunreinigt werden. In solchem Falle thut man wohl, der filtrirten und verdünnten Goldchloridsolution vor dem Vitriolzusatze etwas Glaubersalzsolution hinzuzufügen; entsteht dadurch Trübung, dann hat man das in Auflösung befindliche Bleichlorid durch einen Ueberschuss von Glaubersalz als schwefelsaures Bleioxyd niederzuschlagen, absetzen zu lassen, zu filtriren und dann erst das Goldchlorid mit Vitriol zu behandeln.

Das auf die vorstehend beschriebene Weise gewonnene Gold bildet ein glanzloses braunes Pulver, welches aber durch Reiben oder Drücken und namentlich unter dem Polirstahle die reine Farbe und den eigenthümlichen Goldglanz annimmt. Reine Salpetersäure und reine Salzsäure greifen dasselbe, einzeln, nicht an, gemischt lösen sie es auf. Reines Gold ist zu untersuchen auf Chlorsilber, Kupfer, Blei, Eisen.

Goldoxyd.

Au O_3.

(Aurum oxydatum; Oxide d'or par la potasse; Oxide of gold.)

Dieses Präparat wurde einigemal, auf Bestellung, nach der hannöver'schen Pharmacopoë bereitet.

fällt. In Aetzkali- und Aetznatron-Lauge ist es gleichfalls auflöslich und verhält sich diesem gegenüber säureähnlich. Goldoxyd ist auf Silber (Chlorsilber), Kupfer, Eisen, Blei zu untersuchen.

Goldchlorid.

$$Au\ Cl_3 + 6\ HO.$$

(Anderthalb Chlorgold, Salzsaures Goldoxyd; Aurum sesquichloratum, Aurum muriaticum; Chlorure ou Deutochlorure d'or, Deutomuriate ou Hydrochlorate d'or; Chloride of gold, Muriate of gold.)

Sechs Dukaten — an Gewicht 330 Gran) — in Stücke zerschnitten, werden in 1 Unze reiner Salpetersäure von 1,22 sp. G. und 3 Unzen reiner Salzsäure von 1,130 sp. Gew. in der Wärme aufgelöst. Die erhaltene Solution verdünnt man mit 5 Unzen destillirtem Wasser, lässt das erzeugte Chlorsilber absetzen und filtrirt. Die klare Auflösung wird in einer porcellanenen Schaale bei mässiger Wärme im Sandbade unter stetem Umrühren mit einem Glasstabe, zur Syrupconsistenz verdampft, worauf man die Schaale aus der Wärme entfernt, ihren Inhalt bis zum völligen Erkalten umrührt und die trockne Masse noch warm in ein mit guteingeriebenem Glasstöpsel versehenes, dunkelgefärbtes oder schwarzlackirtes Glas gibt, dasselbe mit Blase oder Leder verbindet und an einem trocknen Platze aufbewahrt.

Wird das Salz in Krystallen verlangt, dann wird die bräunliche Masse in ihrem gleichen Gewichte destillirten Wassers gelöst und die gelb gefärbte Auflösung einer langsamen Verdunstung im Wasserbade überlassen; doch hält es, wegen der leichten Zerfliesslichkeit des Salzes, sehr schwer, ganz trockne Krystalle zu erhalten. — Man erhielt von den angewandten 6 Dukaten = 330 Gran — 9 Drachmen Goldchlorid.

Das Goldchlorid bildet eine safranfarbige Salzmasse, schiesst bei langsamem Verdunsten in schönen gelben Nadeln an, ist geruchlos, schmeckt sehr scharf, widrig, zusammenziehend, zieht sehr begierig Wasser aus der Luft an, zerfliesst, löst sich leicht in Wasser, Alkohol und Aether auf; die Lösungen reagiren stark sauer, sie entmischen sich, sowie das trockne Salz am Tages-, noch schneller am Sonnenlichte, und setzen metallisches Gold ab. Goldauflösung färbt die Haut purpurroth. Das Salz ist zu prüfen auf Silber, Kupfer, Blei, Eisen.

Natriumgoldchlorid.

$$Na\,Cl + Au\,Cl_3 + 4\,HO.$$

(Aurum sesquichloratum natronatum, Aurum muriaticum natronatum; Chlorure d'or et de sodium; chloride of gold and sodium.)

Drei in Stücke zerschnittene Dukaten (= 165 Gran) löse man in einem Gemisch von $\frac{1}{2}$ Unze reiner Salpetersäure von 1,22 sp. Gew. und $1\frac{1}{2}$ Unze reiner Salzsäure von 1,130 sp. Gew. in der Wärme auf, verdünne die Auflösung nach dem Erkalten mit 3 Unzen destillirten Wassers, lasse das Chlorsilber absetzen und filtrire. Das klare Filtrat verdunste man vorsichtig und unter beständigem Umrühren mit einem Glasstabe zum Syrup, verdünne denselben mit etwa 2 Unzen destillirten Wassers, löse in dieser Flüssigkeit 50 Gran reines Kochsalz auf, filtrire und verdunste zur Krystallisation. Die erhaltenen Krystalle werden an der Luft abgetrocknet; die Mutterlauge verdunste man weiter und bewahre das Salz, vor Lichtzutritt geschützt, in einem Stöpselglase auf. Es wurden 325 Gran neutrales Natriumgoldchlorid erhalten. Dasselbe erscheint in langen gelben nadelförmigen Krystallen, hat einen unangenehmen, scharfen, zusammenziehenden, salzigen Geschmack, ist luftbeständig, löst sich leicht in Wasser und absolutem Weingeist; es verhält sich im Uebrigen wie das reine Gold-

Digitized by Google

chlorid und ist auf die bei diesem angegebene zu prüfen.

Zur Darstellung des officinellen Präparats nisse des Goldchlorides zum Kochsalz von den L verschieden angegeben.

Nach der hessischen Pharmacopö man von 1 Dukaten (55 Gran), ¼ Unze rein Unze reiner Salzsäure und 54 Gran reinem Koc Natriumgoldchlorid.

Nach der preussischen Pharmacop 3 Drachmen safranfarbiges Goldchlorid und Gran reines Kochsalz in 1½ Unze destillirtem filtrirte Auflösung vorsichtig zur Trockne verdan Salz zu Pulver zerrieben.

Diese officinellen Artikel bilden gelbe kr welche sich vollständig in Wasser, in absol unter Zurücklassung von Kochsalz lösen.

Platinschwarz.

Pt.

(Platinmohr, Platinsuboxyd; Platinum nigrum; Platine

Nach Döbereiner. Eine halbe Unz schnittenes Platin übergiesst man in einen reiner Salzsäure von 1,148 sp. G. und 1¼ Un säure von 1,22 sp. G. und digerirt so lang alles Metall aufgelöst ist. Die Solution wird schaale langsam so weit eingedampft, bis scheibe gebrachter Tropfen beim Erkalten er die Masse in 3 Pfund destillirten Wassers

Digitized by Google

wärme diese verdünnte Auflösung in einer porcellanenen Schaale, setze nach und nach 3 Unzen reines krystallisirtes kohlensaures Natron und $\frac{1}{2}$ Unze weissen Zucker hinzu und rühre um; sobald Alles aufgelöst ist, wird im Sandbade stärker und so lange erhitzt, bis die Flüssigkeit vollkommen farblos erscheint. Es ist während der Erzeugung des Niederschlages nöthig, die Flüssigkeit öfters umzurühren, um zu verhüten, dass sich derselbe nicht an den Seiten der Schaale ansetze, sondern mehr am Boden sich ablagere. Man entferne die Schaale aus dem Sandbade, giesse nach vollständigem Klären die Flüssigkeit durch ein Filter ab, wasche den Niederschlag mit Wasser aus und trockne ihn in gelinder Wärme. Es wurden 235 Gran Platinmohr erhalten.

Nach Liebig. Eine Unze feinzerschnittenes Platin wird in 6 Unzen reiner Salzsäure und $2\frac{1}{2}$ Unze reiner Salpetersäure aufgelöst, die Solution, wie oben angegeben, eingedampft und darauf in 6 Pf. destillirtem Wasser aufgenommen. Diese verdünnte Auflösung erwärme man gelinde in einer Porcellanschaale im Sandbade, setze nach und nach 5 Unzen reines krystallisirtes kohlensaures Natron und darauf 7 Drachmen trocknes ameisensaures Natron hinzu und verfahre im Uebrigen wie bei der anderen Methode. Man erhielt 478 Gran Platinmohr.

Das Platinschwarz bildet ein zartes, schweres, sammetschwarzes, geruch- und geschmackloses Pulver, welches durch Glühen seine Farbe in Grau umändert und dann den Platinschwamm darstellt. Dasselbe ist nichts anders als Platin im höchstfeinen Aggregationszustande, darf an Wasser, Salzsäure und Salpetersäure nichts Lösliches abgeben; in Königswasser löst es sich sehr leicht auf. Mit starkem Alkohol benetzt, wird es alsbald glühend, verwandelt denselben in Essigsäure, Holzgeist in Ameisensäure, und entzündet, dem schwammigen Platin gleich, ebenfalls das Wasserstoffgas.

Digitized by Google

Platinchlorid.

$Pt\,Cl_2 + 8HO.$

(Salzsaures Platinoxyd; Platinum bichloratum, Platinum muriaticum oxydatum; Chlorure ou Deutochlorure ou Muriate de platine; Chloride of platinum or platina.)

Vier Unzen sehr feinzerschnittenes Platin übergiesst man in einem Kolben mit $1\frac{1}{2}$ Pf. reiner Salzsäure von 1,148 sp. Gew. und $\frac{5}{8}$ Pf. reiner Salpetersäure von 1,22 sp. Gew., setzt denselben auf einen mässig warmen Platz des Sandbades und lässt ihn daselbst so lange stehen, bis alles Metall aufgelöst ist. Die klare, dunkelbraune Auflösung wird in einer porcellanenen Schaale so weit verdampft, bis ein herausgenommener Tropfen beim Erkalten erstarrt, worauf man die Schaale aus der Wärme entfernt, die Masse mit einem porcellanenen Spatel bis zum Erkalten anhaltend durchrührt, sogleich in ein Glas gibt und dasselbe mit einem gut eingeriebenen Stöpsel verschliesst. Von 4 Unzen Platin erhielt man beinahe $\frac{5}{8}$ Pf. Platinchlorid.

Das trockne Platinchlorid bildet eine braunrothe, krystallinische Masse, riecht schwach nach Salzsäure, besitzt einen widrigen, metallischen, scharfen Geschmack, löst sich leicht in Wasser, Alkohol und Aether mit rothbräunlicher Farbe auf; die Lösung reagirt sauer und färbt organische Substanzen, z. B. Haut, Nägel, purpurroth. Platinchlorid verändert sich am Lichte nicht merklich, an der Luft zieht es nach und nach Feuchtigkeit an und zerfliesst. Durch Erhitzen geht dasselbe unter Ausgabe von Wasser, Salzsäure und Chlor in Platinchlorür über, in der Glühhitze wird es ganz entmischt und hinterlässt metallisches Platin (Platinschwamm). Platinchlorid erzeugt in nicht zu diluirten Auflösungen von Chlorkalium und Chlorammonium eigelbe krystallinische Niederschläge — mit letzterem den Platinsalmiak bildend —, welche in Wasser etwas, in Alkohol und Aether aber nicht löslich sind.

Platinchlorid kann möglicher Weise Iridium enthalten und dann sehen die mit den genannten Chloriden erhaltenen Niederschläge röthlich aus; ausserdem ist es auf Eisen und Kupfer zu prüfen.

Platinchloridauflösung (Platinum bichloratum liquidum) verschaffte man sich für den Verkauf durch das Auflösen von $2\frac{1}{2}$ Unze trocknen Platinchlorides in $1\frac{1}{2}$ Pf. (= 24 Unzen) destillirten Wassers.

Reines Antimon.

Sb.

(Reines Spiessglanz, Spiessglas, Spiessglanzkönig; Stibium purum, Antimonium purum, Regulus antimonii; Antimoine métallique pur, Régule d'antimoine; Pure antimony, Regulus of antimony.)

Um das Antimon auf dem schnellsten Wege und vollkommen rein zu erhalten, ist es ohne Zweifel am besten, das durch Behandlung des Algarothpulvers mit kohlensaurem Natron gewonnene Oxyd mit schwarzem Fluss oder Weinsteinkohle zu reduciren. Diese Methode ist, des billigen Preises des commerciellen Spiessglanzkönigs halber, kostspielig und lässt sich in Fabriken mit Vortheil nicht wohl anwenden, weshalb man das gewöhnliche Metall einer Reinigung zu unterwerfen hat.

Das rohe Schwefelantimon enthält neben Eisen, Kupfer, Blei auch Arsen, und so ist auch das Spiessglanzmetall des Handels niemals frei von Arsen, ja es soll dem letztern öfters absichtlich noch Arsenik zugesetzt werden, damit es im Bruche ein hübsches Krystallgefüge erhalte.

Zur Abscheidung des Antimons aus dem rohen Schwefelmetalle habe ich stets das von Berthier angegebene Verfahren befolgt. Ein Gemenge von 34 Pf. gepulvertem Schwefelantimon, 14 Pf. Eisenfeile (in Ermangelung derselben wurden 16 Pf. gepulverter Hammerschlag angewandt), $3\frac{3}{8}$ Pf. wasserfreiem Glaubersalz und $1\frac{1}{4}$ Pf. gepulverter Holzkohle oder $1\frac{1}{4}$ Pf. gepulverter Cokes drücke man in einen beschlagenen grossen Rothgiesser ein und bedecke das Gemenge mit Cokesklein. Der etwa zu $\frac{3}{4}$ damit

Digitized by Google

angefüllte Tiegel wird mit einem aus Tiegelmasse gefertigten Deckel lose bedeckt, in einem gutziehenden Ofen erhitzt und das Feuer nach und nach verstärkt. Nachdem die Masse in vollständigen Fluss gekommen ist, wird das Feuer noch $\frac{3}{4}$ Stunde hindurch erhalten, alsdann nimmt man den Tiegel aus dem Ofen und lässt ihn erkalten. Nach dem Erkalten wird der Tiegel zerschlagen und der Metallkuchen von der aufliegenden Schlacke befreit. Es wurden $20\frac{1}{2}$ Pf. Antimon erhalten.

Um das auf obige Weise erhaltene Metall, welches etwas Eisen, Spuren von Schwefel, Kupfer, Blei, Arsen enthält, oder das ebenfalls nicht reine Antimon des Handels zu reinigen, habe ich in früheren Zeiten die Angaben verschiedener chemischer Lehrbücher befolgt, nach welchen 8 Th. des gepulverten Regulus mit 1 Theil gepulvertem Salpeter geschmolzen und die vollkommen flüssige Masse in den Tiegel erkaltet oder in einen Giesspuckel ausgegossen wird. Ich habe das so behandelte Metall mehrere Male hintereinander mit dem zehnten, zwölften und vierzehnten Theile Salpeter geschmolzen, dasselbe indess stets noch etwas arsenhaltig gefunden. Wenn aber nach dem ersten Schmelzen mit dem achten Theile Salpeterzusatz, das wiederum gepulverte Antimon mit dem zwölften bis vierzehnten Theile salpetersaurem Baryt geschmolzen wurde, dann erhielt ich einen Regulus, welcher vollkommen frei von Arsen sich zeigte, und nur selten eine Spur Kupfer enthielt. Allerdings geht durch das Behandeln des Antimons mit Salpeter und salpetersaurem Baryt etwas desselben in den oxydirten Zustand über, allein die Kosten sind gegen diejenigen, reines Antimonoxyd durch Weinsteinkohle zu reduciren, nicht in Betracht zu ziehen. Man könnte gleich das erste Mal salpetersauren Baryt anwenden und würde sogleich ein fast arsenfreies Metall bekommen, indess ist solches aus dem Grunde nicht rathsam, weil salpetersaurer Baryt theurer ist als Salpeter, und auch, weil die Schlacke dann nicht so vortheilhaft wieder benutzt werden kann. Von 10 Pf. gewöhnlichem Metall, $1\frac{1}{4}$ Pf. Salpeter und $\frac{11}{16}$ Pf. salpetersaurem Baryt wurden 8 bis $8\frac{1}{2}$ Pf. reines Antimon gewonnen.

In späterer Zeit habe ich mehrmals diejenige Methode angewandt, nach welcher Antimon zuerst mit Schwefelantimon und kohlensaurem Natron und darauf noch einigemal mit kohlensaurem Natron allein geschmolzen wird. Zehn Pfund gepulvertes Antimon

werden mit $\frac{5}{8}$ Pf. gepulvertem Schwefelantimon und $1\frac{1}{4}$ Pf. wasserfreiem kohlensaurem Natron vermengt. Man gebe das Gemenge in einen hessischen Schmelztiegel, welcher etwa zu $\frac{3}{4}$ damit angefüllt wird, bedecke denselben mit einem aus Tiegelmasse gefertigten Deckel, um das Hineinfallen von Kohle und dadurch Reduction von Arsen aus der Schlacke zu verhüten, schmelze, erhalte die Masse eine Stunde lang in feurigem Flusse und lasse hierauf erkalten. Der von der Schlacke befreite Metallklumpen wird zu Pulver gestossen, das Pulver mit $\frac{15}{16}$ Pf. kohlensaurem Natron gemengt abermals eine Stunde hindurch im Flusse erhalten und diese Operation zum dritten Male mit $\frac{5}{8}$ Pf. kohlensaurem Natron wiederholt. Da die Schlacke noch sehr gelb gefärbt erschien und eine Probe des Antimons vor dem Löthrohre auf der Kohle noch Knoblauchgeruch verbreitete, wurde das gepulverte Metall nochmals mit $\frac{5}{8}$ Pf. kohlensaurem Natron eine Stunde lang geschmolzen. Durch die damit angestellte Prüfung zeigte sich das Metall nach dem vierten Schmelzen noch arsenhaltig, weshalb dasselbe zum fünften Male mit $\frac{5}{8}$ Pf. Soda geschmolzen wurde und sich dann frei von Arsen zeigte. — Man erhielt von 10 Pf. gewöhnlichen Antimons zwischen $8\frac{1}{2}$ und 9 Pf. reines Metall.

Das reine Antimon hat eine zinnweisse (eine weisse ins Bläuliche spielende) Farbe, ziemlich starken Glanz, ein deutlich blättriges Gefüge, zeigt auf der Oberfläche der Güsse einen schönen, vielstrahligen, erhabenen Stern, krystallisirt in Rhomboëdern, ist hart und so spröde, dass es sich leicht pulvern lässt, und besitzt ein sp. G. von 6,75 bis 6,80. Es verändert sich an der Luft bei gewöhnlicher Temperatur nicht, schmilzt bei 428° C., verflüchtigt sich in verschlossenen Gefässen vor Luftzutritt geschützt nicht leicht, verbrennt aber an der Luft erhitzt leicht und verflüchtigt sich als Oxyd in dicken, weissen, geruchlosen Dämpfen; verbreiten dieselben einen knoblauchartigen Geruch, so zeigt dies die Gegenwart von Arsen an. Von Salzsäure und verdünnter Schwefelsäure wird es nicht angegriffen, concentrirte Schwefelsäure löst es in der Hitze unter Entwickelung schwefliger Säure zu einer weissen Masse (schwefelsaures Antimonoxyd) auf. Salpetersäure oxydirt das Antimon je nach dem Grade ihrer Stärke und der Temperatur zu Oxyd, antimoniger oder Antimonsäure, löst aber nur Spuren davon auf. In Salpetersalzsäure löst es sich vollkommen zu einer klaren Flüssigkeit (Antimonchlorid) auf, aus

Digitized by Google

welcher das Antimon durch Wasser als basisches Chlorid (Algarothpulver) fast vollständig wieder niedergeschlagen wird. Ausser auf Arsen, ist das Antimon auch auf Kupfer, Blei, Eisen und Schwefel zu untersuchen.

Orangefarbenes Schwefelantimon.

$Sb\ S_5$.

(Antimonpersulphid, Pomeranzenfarbener Spiessglanzschwefel, Spiessglanzgoldschwefel, Goldfarbener Spiessglanzschwefel, Goldschwefel, Sulphuraurat; Stibium sulphuratum aurantiacum, Stibium persulphuratum, Stibium hydrothionicum sulphuratum, Sulphur stibiatum aurantiacum, Panacea antimonialis Glauberi; Persulphure d'antimoine, Soufre doré d'antimoine; Golden sulphur, or Golden sulphuret, or Golden sulphide of antimony.)

In früheren Zeiten wurde der Goldschwefel von mir durch Auflösen von Schwefelantimon und Schwefel in Aetzkalilauge und Zersetzung der erhaltenen Lauge durch Schwefelsäure dargestellt, später lediglich durch Zersetzung des Schlippe'schen Salzes mittelst Schwefelsäure.

a) Aus Schwefelantimon und Aetzkalilauge.

200 Pf. Aetzkalilauge von 1,33 sp. G. werden in einem gusseisernen Kessel zum Sieden erhitzt, worauf man, unter stetem Umrühren mit einem eisernen Spatel, portionenweise so lange von einem aus gleichen Theilen feingepulvertem Schwefelantimon und Schwefel bereiteten Gemenge hinzusetzt, bis sich in der langsam kochenden Flüssigkeit nichts mehr auflöst; es wurden 102 Pf. des Gemenges dazu verbraucht. Die heisse Lauge wird mit 4 Eimern klarem weichem Wasser verdünnt und, in grosse Steintöpfe gegegeben, 24 bis 36 Stunden der Ruhe überlassen, worauf man dieselbe filtrirt und den Rückstand noch einige Male mit Wasser auswäscht. Die gesammte filtrirte Flüssigkeitsmenge vertheilt man

Digitized by Google

ungen wurden in einem kleinen Flammofen mit flachkesselförmiger Sohle vorgenommen, und für jede Charge 248 Pf. feingemahlenes Antimonerz, 420 Pf. feinzerschlagene Glaubersalzbrode von der Salpetersäuredestillation aus Cylindern und. 100 Pf. Kohlenpulver angewandt. Nachdem der Ofen gut durchgeheitzt ist, wird derselbe mit dem Gemenge der genannten Materialien beschickt und so lange verschlossen gehalten, bis die Masse anfängt, teigig zu werden, worauf man mit einem eisernen Rechen gut durcharbeitet und den Ofen dann wieder verschliesst. Sobald die Masse in vollständigem Flusse sich befindet und nicht mehr schäumt, wird noch $\frac{1}{4}$ Stunde geschmolzen, dieselbe darauf mit der eisernen Krücke in einen vor dem Ofen stehenden gusseisernen Kasten oder Kessel ausgezogen und dieser sogleich mit einem gut passenden Deckel verschlossen. Man besetzt darauf den Ofen mit einer gleichen Mischung und wiederholt diese Arbeit vier- bis fünfmal oder so oft man Schlippe'sches Salz anzufertigen für nöthig erachtet. Jede Schmelze wird nach dem Erkalten gröblich zerstossen und nebst 18 Pf. gemahlenem Schwefel für eine jede in einen eisernen Kessel gegeben, in welchem sich bereits 50 bis 60 Eimer Wasser befinden, das durch Feuer heiss erhalten wird. Hat man sämmtliche Schmelzen in den Kessel eingetragen, dann erhitzt man zum Sieden, und unterhält dasselbe unter öfterem Umrühren mit einem eisernen Spatel etwa $\frac{3}{4}$ Stunden hindurch, entfernt darauf das Feuer, versieht den Kessel mit einem gut schliessenden Deckel und lässt die Unreinigkeiten sich absetzen. Nach einigen Stunden ruhigen Stehens wird die Lauge mittelst eines eisernen oder irdenen Hebers klar abgezogen, einstweilen in einen grossen Bottich gegeben, die trübe Lauge filtrirt, der Rückstand auf Spitzbeuteln gesammelt und mit Wasser ausgewaschen. Sämmtliche Lauge gibt man in den reingewaschenen Kessel zurück, kocht sie ziemlich rasch, aber nicht stürmisch, und so weit ein, bis eine herausgenommene Probe nach dem Erkalten Kryställchen zeigt, filtrirt sie noch heiss durch Spitzbeutel und lässt sie in bedeckten grossen irdenen Schüsseln einige Tage an einem kühlen Orte stehen. Die angeschossenen Krystalle werden auf einem grossen irdenen Trichter gesammelt, nachdem die anhängende Lauge abgetropft ist, auf mit Papier belegten Horden ausgebreitet, und wenn ziemlich abgetrocknet, vorläufig in verschlossenen irdenen Töpfen oder in einem dichten aus Nadel- (nicht aus Eichen-Holz gefertigten Fasse aufbewahrt. Die rückständige

Digitized by Google

Lauge wird wiederholt verdunstet, zur Krystallisation bei Seite gestellt und mit dem erhaltenen Salze wie vorhin angegeben verfahren; die allerletzte Mutterlauge giesst man fort. Sämmtliches Salz wird in seinem vierfachen Gewichte weichen Wassers aufgelöst, die Lösung filtrirt, mit ihrem 16- bis 18fachen Volum Wasser verdünnt und in Präcipitirfässern durch verdünnte arsenfreie Schwefelsäure von 1,125 sp. G. zersetzt; der erhaltene Niederschlag wird, wie unter a) angegeben, ausgesüsst, getrocknet und in ein feines Pulver verwandelt. Von 1,240 Pfund Antimonerz, 2,100 trocknem Glaubersalz aus Cylindern, 500 Pf. Kohle, 90 Pf. Schwefel und 600 Pf. Kammersäure zu 50 ° B. wurden 527 ½ Pf. Goldschwefel gewonnen.

Das Zerreiben grosser Mengen Goldschwefels in einem Porcellan- oder Serpentinsteinmörser ist eine unangenehme und zeitraubende Arbeit, weshalb man darüber nachsann, dasselbe auf eine leichtere und bequemere Art zu bewerkstelligen. Ein hohler radförmiger, aus starkem Tannenholz gefertigter Kasten von 2¼′ im Durchmesser und 6 ″ tief im Lichten, entsprach dem Zwecke vollkommen. Gerade im Mittelpunkte dieses Kastens ist eine Achse fest eingesetzt, welche nach beiden Seiten mehrere Zoll verlängert heraustritt, und in einem an den Fussboden fest eingeschraubten Gestell ruht; mittelst einer an der einen Seite angebrachten Kurbel wird das hohle Rad in Bewegung gesetzt. Das Füllen und Entleeren des Kastens geschieht durch eine mit starken Drahtstiften verschliessbare Oeffnung, welche an einer Stelle seiner Rundung angebracht ist. Zum Zermahlen der Goldschwefelstücke dienen ein oder einige Paar Dutzend grössere und kleinere, abgedrehte oder polirte Eisen- oder Stahlkugeln von ½ — ¾ — 1 — 1½ bis 2″ im Durchmesser. Beim Beschicken des Kastens mit Goldschwefel werden die Kugeln gleichzeitig mit hineingethan und da derselbe an allen Stellen dicht verschlossen ist, kann beim Umdrehen nichts von dem sich bildenden Pulver verstauben. Zum Absieben bedient man sich eines Haarsiebes mit zwei Böden, einem Unter- und einem Oberboden, um auch hier ein Verstäuben möglichst zu verhüten.

Der Goldschwefel bildet ein zartes, lockeres, dunkel orangefarbenes, geruch- und geschmackloses Pulver, ist in Wasser und Alkohol unlöslich, löst sich in Salzsäure in der Wärme mit Hinterlassung von Schwefel auf, die Auflösung wird durch Wasser —

Digitized by Google

basisches Chlorid bildend — milchig. Er löst sich in Aetzkali-Lauge leicht und vollständig auf, auch in Aetzammoniak, jedoch in weit geringerer Menge. An der Luft wird der Goldschwefel nicht verändert, aber dem Einflusse der Luft und des Lichtes zugleich ausgesetzt, wird er allmählig etwas blässer; durch Erhitzen an der Luft verliert er Schwefel, welcher zu schwefliger Säure verbrennt und das Antimon verwandelt sich in Oxyd, von dem ein kleiner Antheil in weissen Dämpfen entweicht, der grössere Theil aber als antimonige Säure zurückbleibt. Der Goldschwefel ist zu untersuchen auf Kieselerde, Thonerde, freien Schwefel, Antimonoxyd, Schwefelsäure, Salzsäure, Kohlensäure, Kali, Kalk, Magnesia, Blei, Eisen, Kupfer, Arsen.

Rothbraunes Schwefelantimon.

Das oxydfreie = $Sb\,S_3 + HO$.

Das oxydhaltige = $(Sb\,S_3 + HO) + x\,(SbO_3 + HO)$.

(Mineralkermes, Rother Spiessglanzschwefel, Spiessglanz- oder Antimonkermes, Karthäuser Pulver; Stibium sulphuratum rubeum, Sulphur stibiatum rubrum, Stibium hydrothionicum seu hydrothionatum, Kermes minerale seu K. antimonii, Pulvis carthusianorum; Kermès minéral, Sulfure d'antimoine, Poudre des chartreux; Kermes mineral, Sulphuret of antimony, Oxysulphuret of antimony, Carthusian powder.)

a) Der oxydfreie Kermes wurde selten zu bereiten verlangt, und dann immer nur in kleineren Mengen dargestellt. — Man drücke ein Gemenge von 6 Pf. gepulvertem wasserfreiem Glaubersalz, $4\frac{1}{2}$ Pf. gepulvertem Schwefelantimon und $2\frac{1}{4}$ Pf. gepulverter Holzkohle in einen hessischen Tiegel, welcher zu etwa $\frac{3}{4}$ damit angefüllt wird, lege einen aus Tiegelmasse gefertigten Deckel oder einen passenden Ziegelstein auf, setze ihn in einen gutziehenden Windofen und gebe zuerst ein schwaches, nach und nach zu verstärkendes Feuer. Sobald die in Fluss gekommene

Masse nicht mehr schäumt, wird noch eine gute Viertelstunde lang gefeuert, worauf man sie in einen kleinen gusseisernen Kessel giesst und denselben mit einem gutpassenden Deckel verschliesst. Nach dem Erkalten wird die Masse gröblich zerstossen und der Tiegel, in welchem noch etwas der Masse hängen geblieben, mit etwa 16 bis 20 Quart weichem Wasser in demselben Kessel ausgekocht, worauf man den Tiegel aus dem Kessel wieder entfernt, die Masse selbst der kochenden Lauge beigibt, das Sieden mindestens noch $\frac{1}{2}$ Stunde unterhält und dann filtrirt. Man verdünnt die filtrirte Flüssigkeit in einem kleinen Bottich mit 8 bis 9 Eimer weichem Wasser, präcipitirt mit verdünnter arsenfreier Schwefelsäure, wäscht den Niederschlag zuerst mit gewöhnlichem weichem, dann einigemal mit destillirtem Wasser aus und trocknet ihn bei gelinder Wärme. Man erhielt aus den angegebenen Mengen der obengenannten Materialien und 19 Pf. verdünnter (= 3 Pf. concentrirter) Schwefelsäure $3\frac{1}{3}$ Pf. oxydfreien Kermes.

b) Den oxydhaltigen Kermes habe ich früherhin durch Behandlung von kochender Aetzkalilauge mit Schwefelantimon dargestellt, in späterer Zeit lediglich durch Auflösen von Schwefelantimon in einer kochenden Auflösung von krystallisirtem kohlensaurem Natron. Bei der Bereitung auf die erste Art habe ich gefunden, dass, wenn man in das Gefäss zum Niederschlagen des Kermes eine der heissen Lauge entsprechende Menge Wasser lässt, das Präparat hell von Farbe und voluminös ausfällt; füllt man aber in das Präcipitirgefäss zuerst die heisse Lauge und lässt in dieselbe Wasser laufen, wie es in der Fabrik, in welcher ich die Leitung der chemischen Arbeiten übernommen hatte, der Zeit Gebrauch war, dann wird der Kermes um ein Bedeutendes dunkler von Farbe, verliert an Voluminosität und ist nach dem Trocknen so fest und hart, dass er mit grosser Mühe nur in ein feines Pulver zerrieben werden kann. Am besten fiel der Kermes, nach dieser Methode bereitet, aus, wenn in den Präcipitirbottich zuerst Wasser gelassen, dann die filtrirte heisse Lauge hinzugefügt und darauf erst mit der nöthigen Menge Wasser versetzt wurde.

Durch Behandlung von kohlensaurer Natronlauge mit Schwefelantimon im Kochen habe ich stets einen ungleich besseren Artikel erhalten, weshalb dieser Weg später beibehalten wurde. In einem

Digitized by Google

gusseisernen Kessel, welcher ohngefähr 60 Eimer (= 720 Quart) Wasser fasst, löst man 130 Pf. krystallisirtes kohlensaures Natron in 50 Eimer klaren weichen Wassers auf, erhitzt zum Sieden und setzt unter stetem Umrühren mit einem hölzernen (oder eisernen) Spatel portionenweise so lange feingepulvertes Schwefelantimon hinzu, bis die zuletzt hinzugesetzte Portion sich nicht vollständig mehr auflöst. Sodann füllt man den Kessel so weit mit heissem Wasser an, dass die Flüssigkeitsmenge etwa 55 Eimer beträgt, kocht unter Umrühren noch einmal auf, zieht das Feuer vor, lässt die Heitzthüre offen und bedeckt den Kessel mit einem Deckel. Nach einer Stunde ruhigen Stehens lässt man die geklärte Lauge, mittelst eines eisernen oder irdenen Hebers, durch ein über einen Tenakel gespanntes, mit heissem Wasser genässtes, leinenes Tuch in einen grossen Bottich laufen, filtrirt die letzten, trübewerdenden Laugenantheile durch einen Spitzbeutel, versieht den Bottich mit einem gutschliessenden Deckel und überlässt die Lauge einige Tage der Ruhe. Der aus der Flüssigkeit abgeschiedene Kermes wird auf einem Spitzbeutel gesammelt und mit 2 bis 3 Eimern destillirten Wassers gewaschen, erstere aber und das Waschwasser, sowie den vom ersten Kochen auf dem Filtrirbeutel verbliebenen unaufgelösten Rückstand gibt man in den Kessel zurück, erhitzt, unter Umrühren mit dem Spatel, zum Kochen, setzt, sobald das von erster Operation Hinterbliebene aufgelöst ist, eine frische Quantität gepulvertes Schwefelantimon hinzu und verfährt mit dem Kochen, Abklären, Abziehen und Stehenlassen der Lauge im bedeckten Bottich zum Niederfallen des Kermes wie das erste Mal. Den auf dem Spitzbeutel befindlichen Kermes hebt man vorläufig in einer irdenen Schaale oder in einem Steintopfe auf, um denselben mit den später zu erfolgenden Niederschlägen gemeinschaftlich auszuwaschen. Das im Kessel und auf dem Filtrirbeutel unaufgelöst Gebliebene wird mit der vom Niederschlage getrennten Lauge so oft gekocht, als es noch Kermes liefert. Sämmtliche Niederschläge werden in einem reinen Bottich wiederholt so lange mit kaltem destillirtem (oder reinem, klarem Regen-) Wasser gewaschen, bis dasselbe weder alkalische Reaction noch Geschmack mehr zeigt, worauf der Kermes auf mit Papier belegten Horden in sehr gelinder Wärme getrocknet wird. Es wurden 54 Pf. gepulvertes Schwefel-Antimon verbraucht und 40 Pf. Kermes gewonnen, und aus der rückständigen Lauge und dem ersten Waschwasser von den ver-

Drei Viertel Pfund feingepulvertes Schwefelantimon, 15 Unzen Schwefelblumen und 1 $\frac{1}{8}$ Pf. gebrannte und gepulverte Austernschaalen vermenge man innig miteinander, drücke das Gemenge in einen Tiegel, welcher damit ganz angefüllt wird, fest ein, bedecke dasselbe mit einer dünnen Lage Austernschaalenkalk, verschliesse den Tiegel mit einem gutgebrannten Thondeckel, verstreiche die Fugen bis auf eine kleine Oeffnung mit Lehm, stelle denselben in einen gutziehenden Ofen und erhitze ihn zwischen Kohlen anfangs gelinde; sobald der Tiegel glüht, erhalte man ihn für eine Stunde im Rothglühen und lasse ihn erkalten. Nach dem Erkalten nehme man die oberste Lage von der röthlich gefärbten pulverigen Masse ab und bewahre die letztere in einer wohlverschlossenen Glasflasche auf oder besser, vertheile sie in mehrere, ganz damit angefüllte, kleinere Flaschen. Man erhielt, bei Verbrauch von 1 $\frac{1}{8}$ Kubik-Fuss Holzkohlen, 2 $\frac{1}{2}$ Pfund Kalkspiessglanzleber.

Das auf die angeführte Art bereitete Präparat bildet ein grauröthliches Pulver, welches hepatisch riecht und schmeckt. Kaltes Wasser löst sehr wenig davon auf, die Flüssigkeit ist farblos und reagirt alkalisch, Salzsäure schlägt eine geringe Menge Goldschwefel nieder; in heissem Wasser löst sich mehr auf, die Lösung ist gelblich, sie gibt beim Verdünnen mit Wasser einen kermesfarbenen Niederschlag, mit Salzsäure gibt diese Solution reichlichen Niederschlag von Goldschwefel. An der Luft zersetzt sich das Präparat, weshalb es in verschlossenen Flaschen aufbewahrt werden muss; wenn zersetzt, entwickelt dasselbe mit Salzsäure keinen Schwefelwasserstoff mehr, färbt sich auch nicht mehr orangeroth und gibt dann nur Kohlensäure aus.

Digitized by Google

mit 8 Th. roher Salzsäure von 17 ° B. und 1 Th. Salpetersäure von 25 ° B. in einem Kolben so lange in der Wärme behandelt, bis keine gelbbraunen Dämpfe aus der Flüssigkeit mehr aufsteigen. Man filtrirt die trübe Flüssigkeit, destillirt das Filtrat in einer Retorte langsam so weit, bis die übergehenden Tropfen in reinem Wasser aufgefangen, dasselbe weiss trüben. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, dann wechselt man die Vorlage und destillirt über verstärktem Feuer so lange, bis der Rückstand fast trocken geworden ist, worauf man den Retortenhals seiner Länge nach erwärmt, um die in demselben hängende feste Masse zu schmelzen und in die Vorlage überzuführen; die erhaltene Solution wird ebenfalls in einer mit Glasstöpsel versehenen Flasche aufbewahrt.

Im wasserfreien Zustande ist das Antimonchlorid eine weisse krystallinische Masse (Butyrum antimonii), welche bei 100 ° schmilzt, an der Luft schnell Wasser anzieht und zerfliesst.

Antimonoxyd.

$Sb\,O_3 + HO.$

(Spiessglanzoxyd; Stibium oxydatum; Oxide d'antimoine; Oxide of antimony.)

In früheren Jahren hatte ich das Antimonoxyd einigemal nach der Hannöver'schen Pharmacopöe zu bereiten, nach welcher regulinisches Antimon mit Antimonium diaphoreticum im Glühen behandelt werden soll. 7½ Pf. gepulverter Spiessglanzkönig und 16 Pf. saures antimonsaures Kali (Antimonium diaphoreticum ablutum) innig miteinander vermengt, in einem bedeckten Tiegel eine Zeitlang in glühendem Fluss erhalten und dann gewaschen, gaben 17 Pf. Oxyd.

Da von einigen Seiten her über den, wenn auch geringen, Eisengehalt dieses Antimonoxydes geklagt wurde und, wie die

Das auf die angegebene Weise bereitete reine Antimonoxyd erscheint als ein weisses, geruch- und geschmackloses Pulver. In verschlossenen Gefässen erhitzt, verliert es sein Wasser, färbt sich gelb, schmilzt, erstarret aber beim Erkalten zu einer weissen krystallinischen Masse, stärker erhitzt ist es vollständig sublimirbar. An der Luft erhitzt, wird es gleichfalls gelb, schmilzt nicht, sondern verwandelt sich durch Aufnahme von mehr Sauerstoff in antimonige Säure, die nach dem Erkalten wieder weiss erscheint. Auf der Kohle wird es leicht zu Metall reducirt, welches sich aber gleich wieder oxydirt und sich in dicken weissen Dämpfen verflüchtigt, welche die Kohle weiss beschlagen. Reines Antimonoxyd ist in Wasser unauflöslich, Salzsäure löst es, namentlich in der Wärme, leicht auf und es wird aus dieser Auflösung durch Wasser als Algarothpulver beinahe vollständig wieder gefällt. In Weinsteinsäure ist es leicht auflöslich, die Solution wird durch Wasser nicht getrübt. Schwefelwasserstoff und dessen Salze schlagen das Oxyd aus seinen Auflösungen orangeroth nieder. Das Antimonoxyd ist zu prüfen auf die Gegenwart von antimoniger oder Antimonsäure, Eisen, Kupfer, Blei, Arsen, Schwefelsäure, Salzsäure, Salpetersäure.

An das vorstehende Präparat lassen sich das Antimonglas, der Antimonsafran und die Antimonleber als, mehr oder weniger, unreine Antimonoxyde am besten anreihen.

A. Antimonglas. (Spiessglanzglas, Verglastes Spiessglanzoxydul; Vitrum antimonii, Stibium oxydulatum vitrificatum; Verre d'antimoine; Glass of antimony.)

Zehn Pfund gröblich gepulvertes, möglichst reines Schwefelspiessglanz werden in einer irdenen, unglasurten, flachen Pfanne oder Schaale ausgebreitet und unter beständigem Umrühren mit einem porcellanenen oder irdenen Spatel über einem mässigen Kohlenfeuer erhitzt. Man nimmt diese Arbeit am besten im Freien oder unter einem gutziehenden Schornstein vor, um vor dem Einathmen der Dämpfe sich irgend möglich zu schützen. Obgleich man das Schwefelantimon so weit erhitzen muss, dass es Schwefeldämpfe ausstösst, so hat man doch auch darauf zu achten, dass es nicht zusammenbackt, weshalb ein ununterbrochenes Umrühren nothwendig ist. Sollte indess durch zu starkes Feuer oder durch nachlässiges Umrühren das Pulver anfangen klümprig zu werden und zusammen zu backen, so muss man das Gefäss

vom Feuer nehmen, erkalten lassen, wieder pulvern und von Neuem das Rösten fortsetzen. Wenn der grösste Theil des Schwefels verflüchtigt ist, kann man die Hitze etwas verstärken, doch immer mit der Vorsicht, dass kein Zusammenbacken statt findet. Bei diesem allmählig gesteigerten Hitzgrade wird die Arbeit so lange fortgesetzt, bis zuletzt, beim dunkeln Rothglühen, die Masse nicht mehr raucht und eine graulichweisse Farbe angenommen hat. Hierauf entferne man das Gefäss vom Feuer und lasse das hellaschgraue Pulver, welches Spiessglanzasche (Cinis antimonii; Cendre d'antimoine; Ashes of antimony) ist, erkalten. Man erhält von 10 Pf. Schwefelantimon durchschnittlich 6 Pf. Antimonasche, welche hauptsächlich aus antimoniger Säure nebst geringen Antheilen Oxyd und unzersetztem Schwefelantimon besteht. Aus diesem Artikel bereitet man nun das Antimonglas auf folgende Art: Die erhaltenen 6 Pf. Antimonasche gebe man in einen guten hessischen Tiegel (Rothgiesser), welcher bis zu etwa $\frac{3}{4}$ seines Rauminhaltes damit angefüllt wird, bedecke ihn mit einem aus Tiegelmasse gefertigten Deckel, stelle denselben in einen gutziehenden Windofen und umgebe ihn mit glühenden und todten Kohlen. Sobald alles gehörig durchwärmt ist, vermehre man das Feuer schnell bis zum Rothglühen des Tiegels, damit sein Inhalt in einen dünnen Fluss gerathe und tauche dann einen irdenen Pfeifenstiel hinein, um eine Probe herauszunehmen. Besitzt die an dem Pfeifenstiel haftende, vollkommen geschmolzene Masse nach dem Erkalten keine gehörig gesättigte Farbe, so setze man von Zeit zu Zeit noch etwas Schwefelantimon, aber nur in kleinen Mengen von 1 bis $1\frac{1}{2}$ Drachmen, hinzu, bis die Masse die gehörige Klarheit und Farbe erreicht hat; fällt jedoch die herausgenommene Probe zu dunkel und undurchsichtig aus, so ist dies ein Beweis, dass die Antimonasche nicht lange genug geröstet war und noch zu viel unzersetztes Schwefelantimon enthielt; in diesem Falle kann man den Fehler verbessern, wenn man etwas reines Antimonoxyd zusetzt, bis die gehörige Durchsichtigkeit eingetreten ist. Man giesst nun die geschmolzene Masse auf ein erwärmtes Kupferblech oder auf eine heisse, polirte Eisenplatte dünn aus, lässt sie, um Risse und Sprünge zu vermeiden, langsam erkalten, wischt nach dem Erkalten die zum Theil mit einem weissen Beschlage bedeckte Oberfläche mit einem Tuche ab und hebt die Masse in einem gutverschliessbaren steinernen oder gläsernen Gefässe zum Gebrauch auf.

Digitized by Google

Ein gut bereitetes Antimonglas ist durchsichtig, besitzt eine rubin- oder hyazinthrothe Farbe, hat wie Glas einen muschligen Bruch, löst sich nicht in Wasser, wohl aber in starker Salzsäure in der Wärme unter Entbindung von Schwefelwasserstoff vollständig auf, die Auflösung wird durch viel Wasser zersetzt und lässt basisches Antimonchlorid fallen; auch in Weinsteinsäure ist es zum grössten Theile unter Hinterlassung von rothbraunen kermesartigen Flocken auflöslich. Das Antimonglas besteht nach Proust aus etwa 8 Theilen Antimonoxyd und 1 Theil Schwefelantimon, enthält aber auch etwas schwefelsaures Antimonoxyd. Das Antimonglas wird, ausser zur Bereitung von Brechweinstein, auch zur Färbung künstlicher Edelsteine angewendet, um Topas, Granat nachzuahmen, überhaupt zur Färbung von Glas.

B. Antimonsafran (Metallsafran, Spiessglanzsafran; Crocus antimonii, Crocus metallorum, Stibium oxydatum fuscum semivitrificatum; Crocus d'antimoine; Saffron of antimony). Ein Gemenge von 5 Pf. gepulvertem Schwefelantimon und 5 Pf. getrocknetem gepulvertem Kalisalpeter wird portionenweise in einen rothglühenden grossen hessischen Tiegel (Rothgiesser) eingetragen. Nach beendigter Verpuffung nimmt man die glühende Masse mittelst eines mit langem Stiel versehenen eisernen Löffels heraus und schlägt sie zum Erkalten in einen niedrigen rostfreien gusseisernen Kasten oder in einen flachen Kessel, und verpufft auf dieselbe Weise andere 10 Pf. Gemenge. Ein guter Rothgiesser hält, wenn in demselben hinter einander fort verpufft wird, mehrere Schmelzungen aus; ich habe sehr oft in einem und demselben Tiegel 100 Pf. Gemisch in 10 Malen verpufft. Man kann das Verpuffen auch in einem eisernen Topfe oder desgl. Mörser vornehmen, ein hessischer Tiegel ist reinlichkeitshalber jedoch vorzuziehen. Nach dem Erkalten wird die geschmolzene Masse fein gepulvert und in einem reinen, rostfreien eisernen Kessel so oft mit frischem weichem Wasser ausgekocht, bis dasselbe geschmacklos sich zeigt, worauf man den Rückstand auf einem Spitzbeutel sammelt und mit destillirtem Wasser nachwäscht; das letzte Waschwasser darf durch Barytsolution nicht mehr getrübt werden. Der ausgesüsste Rückstand wird, wenn das Wasser gehörig abgetropft ist, auf mit Papier belegten Horden getrocknet und in Glasflaschen oder Steinkruken aufbewahrt. Von 50 Pf. Schwefelantimon und ebensoviel Salpeter wurden 43¾ Pf. Spiessglanzsafran erhalten.

Digitized by Google

Der Antimonsafran erscheint als ein braunrothes oder braungelbes, geruch- und geschmackloses Pulver, welches beim Erhitzen leicht in Fluss kommt und dann ebenfalls, wie das Antimonglas, eine glasartige, aber undurchsichtige und nur an den Kanten durchscheinende Masse bildet. In Wasser darf sich nichts davon auflösen, gegen Salzsäure verhält er sich wie das Antimonglas; er besteht nach Proust aus ungefähr 1 Th. Schwefelantimon und 3 Th. Antimonoxyd.

C. Antimonleber (Spiessglanzschwefelkali, Spiessglanzleber; Hepar antimonii, Kali stibiato-sulphuratum; Foie d'antimoine; Liver of antimony). Ein Gemenge von gleichen Theilen Schwefelantimon und gereinigter Potasche (oder trocknem kohlensaurem Natron) gibt man in einen geräumigen hessischen Schmelztiegel, welcher nur zu $\frac{2}{3}$ davon angefüllt wird, bedeckt ihn mit einem aus Tiegel- oder Ziegelsteinmasse gefertigten Deckel, erhitzt in einem gutziehenden Windofen allmählig bis zum Glühen des Tiegels, schmilzt, unter öfterem und schnellem Umrühren, damit der Zutritt der Luft möglichst abgehalten werde, eine Viertelstunde lang, giesst die fliessende Masse dann in einen rostfreien, flachen eisernen Kasten oder Kessel aus, bedeckt denselben mit einem eisernen Deckel oder desgl. Platte, zerstösst darauf die erkaltete Masse in kleine Stücke und bewahrt sie in gut verschliessbaren Glasflaschen gegen den Zutritt der Luft auf. Man erhielt aus einem, in drei Malen und in einem und demselben Tiegel geschmolzenen Gemenge von 15 Pf. Schwefelantimon und 15 Pf. gereinigter Potasche, 23 Pf. Spiessglanzleber.

Die Antimonleber bildet eine rothbraune Masse, riecht hepatisch, schmeckt ekelhaft alkalisch, wird leicht feucht, zersetzt sich, und wird alsdann auf der Oberfläche grün gefärbt; sie löst sich in heissem Wasser zum grössten Theile auf. Die Antimonleber besteht der grössten Menge nach aus Schwefelantimon-Schwefelkalium (oder Natrium) und Antimonoxydkali (oder Natron).

James'sches Antimonialpulver.

(James Powder; Pulvis Jamesii seu Pulvis Jacobi.)

Da dieses Präparat das Antimon als antimonige Säure enthält, dürfte dasselbe hier den geeignetsten Platz finden.

Digitized by Google

Ein inniges Gemenge von 1 Pf. gepulvertem, möglichst reinem Schwefelspiessglanz und 2 Pf. auf das Feinste gepulverten, weissgebrannten Knochen wird in einem bedeckten hessischen Tiegel geglüht und das Glühen so lange fortgesetzt, bis das Ganze durchgehends eine weisse Farbe erhalten hat. Nach dem Erkalten wird das Präparat feinzerrieben und in einem verschlossenen Glase aufbewahrt. Man erhielt $2\frac{1}{2}$ Pf. Antimonial-Pulver.

Das »James-Powder« besitzt eine weisse, meistens eine schwach gelblichweisse Farbe und besteht aus antimoniger Säure und Knochenerde, nebst etwas antimonigsaurem Kalk. Dasselbe darf durchaus kein Brechen erregendes Oxyd (Antimonoxyd) enthalten und muss sich in concentrirter Salzsäure vollständig auflösen; löst es sich nicht ganz auf, dann war es nicht gehörig calcinirt.

Antimonsäure.

$Sb\ O_5 + HO.$

(Spiessglanzsäure, Vollkommenes weisses Spiessglanzoxyd, Schweisstreibender Spiessglanz; Acidum stibicum, Stibium perfecte oxydatum, Antimonium diaphoraticum ablutum, Materia perlata, Bezoardicum minerale; Acide antimonique; Antimonic acid.)

Ein inniges Gemenge von 5 Pf. gepulvertem regulinischem Antimon, $12\frac{1}{2}$ Pf. getrocknetem, gepulvertem Kalisalpeter und $1\frac{1}{4}$ Pf. Kohlenpulver wird mittelst eines mit langem Stiel versehenen eisernen Löffels portionenweise in einen grossen, glühenden hessischen Rothgiesser eingetragen. Sobald die Verpuffung beendigt ist, bedeckt man den Tiegel mit einem aus Tiegel- oder Ziegelsteinmasse gefertigten Deckel und unterhält mindestens $\frac{1}{2}$ Stunde lang starke Glühhitze, worauf die Masse mit dem oben erwähnten reinen, langstieligen eisernen Löffel herausgenommen und in einen niedrigen rostfreien eisernen Kasten oder desgl. flachen Kessel gegossen wird; auf dieselbe Weise verpufft man andere $18\frac{3}{4}$ Pf.

beständigem Umrühren mit einem reinen hölzernen Spatel so lange verdünnte Schwefelsäure hinzugefügt, bis die Flüssigkeit sauer reagirt. Hierauf nimmt man den Tiegel heraus, spühlt ihn über dem Kessel aus und ab, bringt die trübe Lauge zum Absetzen in einen reinen Bottich und versieht denselben mit einem gut passenden Deckel. Nach 24- bis 36stündigem ruhigem Stehen wird die geklärte Lauge (welche man nebst dem ersten Waschwasser in das Gebäude für die Bereitung des schwefelsauren Kalis abgibt) abgelassen und durch frisches Wasser ersetzt. Man wäscht so lange wiederholt aus, bis das Waschwasser durch Barytsolution nicht mehr getrübt wird, bringt den Niederschlag sodann auf einen Spitzbeutel, und wenn die anhängende Flüssigkeit abgetropft ist, trocknet man ihn, auf Papier ausgebreitet, in gelinder Wärme aus. Von $37\frac{1}{2}$ Pf. des Antimon-Salpeter-Kohlengemenges und $2\frac{9}{16}$ Pf. concentrirter Schwefelsäure wurden $15\frac{1}{2}$ Pf. Spiessglanzsäure erhalten.

Die reine Antimonsäure bildet ein blassgelbes, als Hydrat ein rein weisses, geruch- und geschmackloses Pulver, gibt beim Erhitzen zuerst das Wasser aus und wird gelb, verliert alsdann $\frac{1}{5}$ Sauerstoff und wird zu antimoniger Säure, welche wie das Antimonsäurehydrat weiss aussieht. Die Antimonsäure ist im Wasser unauflöslich, löst sich aber, wenn auch schwierig, in Salzsäure. Ist das Hydrat derselben gelblich gefärbt, so enthält es eine nicht unbeträchtliche Menge Eisen, geringere Mengen des letzteren verrathen sich nach anhaltendem Glühen eines vorher vollkommen weissen Antimonsäurehydrats gleichfalls durch gelbliche Farbe.

Digitized by Google

Saures antimonsaures Kali.

$$KO + 2Sb\,O_5 + 6HO.$$

(Schweisstreibender Spiessglanz; Kalium oxydatum stibicum acidum, Antimonium diaphoreticum; Antimoine diaphorétique; Diaphoretic antimony.)

Zehn Pfund gepulvertes, regulinisches Antimon, 25 Pf. gepulverter Kalisalpeter und $2\frac{1}{2}$ Pf. gepulverte Holzkohle vermengt man innig mit einander und verpufft dieses Gemenge ganz auf dieselbe Weise und in zwei Tiegelansätzen, wie im vorstehenden Artikel »Antimonsäure« angegeben worden ist. Nachdem die geglühte und erkaltete Masse pulverisirt worden, lege man den Tiegel in einen kleinen mit lauwarmem Wasser gefüllten Bottich, um die im Tiegel hängengebliebenen Massenantheile aufzuweichen. Sobald dies erfolgt ist, nehme man denselben wieder heraus, spühle ihn über dem Bottich mit Wasser aus und ab, schütte darauf das Pulver in das Wasser, rühre mit einem hölzernen Spatel einige Stunden hindurch fleissig um, lege alsdann einen Deckel auf den Bottich und lasse dessen Inhalt ruhig stehen. Nach dem Abklären wird die Flüssigkeit abgelassen, auf den Rückstand wieder frisches Wasser gegossen, und süsst man so lange aus, bis das Wasser geschmacklos abläuft. Den weissen Bodensatz gibt man auf einen Spitzbeutel und trocknet ihn in gelinder Wärme. Es wurden von den angewandten $37\frac{1}{2}$ Pf. Gemenge $13\frac{1}{8}$ Pf. saures ntimonsaures Kali erhalten.

Dieses Präparat ist das Antimonium diaphoreticum ablutum einiger Pharmacopöen, unter anderen auch das Antimoine diaphorétique lavé des »Code medical« und das Diaphoretic antimony des »Dispensatory of the United States of America«.

Das saure antimonsaure Kali bildet ein weisses, geruch- und geschmackloses Pulver; hat dasselbe einen gelblichen Teint, so deutet dies auf Eisengehalt, und ertheilt es dem damit übergossenen Wasser auflösliche Theile, so war es nicht sorgfältig ausgesüsst. Ausser auf Eisenoxyd ist das Präparat auch auf die Verunreinigung durch Antimon- und Bleioxyd zu untersuchen.

Man stellt das saure antimonsaure Kali statt aus regulinischem Antimon häufig auch aus rohem Schwefelantimon dar. Nach den

bleiernen Kessel mit 4 Eimern destillirtem oder reinem Regenwasser übergossen. Dieses Gemisch digerire man bei schwachem Holzkohlenfeuer in einer Temperatur von 85 bis 100° C., unter fleissigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, mehrere Stunden lang und ersetze von Zeit zu Zeit das verdunstete Wasser. Wenn die Masse sich nicht sandig mehr anfühlt und eine kleine Probe derselben mit 11 bis 12 Theilen kaltem destillirtem Wasser geschüttelt sich bis auf einen geringen Rückstand von weinsteinsaurem Kalk und einer kermesartigen Substanz auflöst, so ist dies ein Beweis, dass die Bildung des Doppelsalzes vollendet ist; bleibt hingegen noch viel unaufgelöst zurück, dann muss das Gemisch noch länger erwärmt und agitirt werden. Im ersten Falle setze man 19 bis 20 Eimer (= 230 bis 240 Quart) destillirtes oder reines Regenwasser hinzu, koche $\frac{3}{4}$ bis 1 Stunde, ziehe dann das Feuer vor, lege auf den Kessel einen Deckel, lasse etwas absetzen, worauf man die Lauge noch heiss durch leinene Spitzbeutel in grosse irdene Satten filtrirt und 24 bis 36 Stunden an einen kühlen Platz stellt. Den im Kessel und auf den Beuteln verbliebenen Rückstand süsst man mit heissem destillirtem Wasser aus und verarbeitet ihn zu Antimonchlorid; das Waschwasser kocht man mit der Brechweinsteinlauge ein. Die erkaltete über den Krystallanschüssen stehende Lauge verdunste man in dem gereinigten bleiernen Kessel bis zum Erscheinen einer dünnen Salzhaut, gebe sie zurück in die irdenen Schüsseln und fahre mit dem Abdampfen und Krystallisiren so lange fort, als noch Salz anschiesst und eine schmierige Mutterlauge zurückbleibt, welche man entweder fortgiesst oder aus der man das Antimon durch Schwefelwasserstoffgas als Schwefelantimon abscheiden kann, welches letztere man, da es Eisen und mitunter auch etwas Kupfer und Arsen enthält, für solche Zwecke anwendet, wo diese Metalle keinen direkten Schaden verursachen, z. B. zur Anfertigung von Antimonbutter und Benutzung der letzteren für die Bereitung des Antimonoxydes. Die sämmtlichen erhaltenen Krystalle werden auf grossen gläsernen oder irdenen Trichtern mit wenig kaltem destillirtem Wasser abgewaschen und, auf Papier ausgebreitet, an der Luft getrocknet.

Die häufigsten Begleiter des Brechweinsteins in seinem in der Salzlauge aufgelösten Zustande sind weinsteinsaurer Kalk, weinsteinsaures Eisenoxydul, neutrales und saures weinsteinsaures Kali, hin und wieder auch Spuren von Kupfer und Arsen, und da hän-

an, meistens etwas weinsteinsaurer Kalk und auch wohl Spuren von Eisen- und Kupfersalz. Um den Brechweinstein von diesen fremden Substanzen zu befreien, wird er fein zerrieben, in grossen irdenen Schüsseln mit seiner fünfzehnfachen Menge destillirten Wassers übergossen und durch öfteres Umrühren mit einem hölzernen Spatel aufgelöst. Die erhaltene Auflösung filtrire man durch ein über einem Tenakel ausgespanntes und mit Filtrirpapier belegtes leinenes Tuch, verdunste sie in irdenen Schüsseln auf dem heissen Sandbade bis zum Erscheinen einer dünnen Salzhaut und befördere sie an einem kühlen Orte zur Krystallisation. Die nach 24- bis 36stündigem Stehen ausgeschiedenen Krystalle werden von der Flüssigkeit getrennt und auf einem Trichter gesammelt, aus der zurückgebliebenen Lauge stellt man das noch aufgelöste Salz durch wiederholtes Verdunsten und Krystallisiren dar. Sollten die letzten Anschüsse gelblich ausfallen, dann muss man sie nochmals auflösen und abermals krystallisiren lassen. Das gereinigte und auf Papier getrocknete Salz wird in verschlossenen Glasflaschen aufbewahrt. Man erhielt von 80 Pf. Weinstein und 70 Pf. Antimonglas zwischen 90 bis 95 Pf., im Mittel von mehreren Operationen $92\frac{1}{2}$ Pf. reinen Brechweinstein.

b) Aus reinem Antimonoxyd. Fünfzig Pfund reines Antimonoxyd und $62\frac{1}{2}$ Pf. feingepulverten gereinigten Weinstein übergiesse man in einem bleiernen Kessel mit drei Eimern (= 36 Quart) destillirtem oder reinem Regenwasser, digerire die Mischung bei einer Temperatur von 85 bis 100° C. unter fleissigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel mehrere Stunden und ersetze zuweilen das verdunstete Wasser. Alsdann setze man noch 15 bis 16 Eimer destillirtes oder Regenwasser hinzu, koche $\frac{3}{4}$ Stunden lang und verfahre im Uebrigen wie unter a) angegeben worden ist. Man erhielt nach dem Wiederauflösen des Salzes in 15 Th. destillirtem Wasser, Filtriren und wiederholtes Verdunsten der Auflösung zur Krystallisation zwischen 73 bis 78 Pfund, im Mittel aus mehreren Operationen $75\frac{1}{2}$ Pfund reinen Brechweinstein.

Der Brechweinstein wurde hin und wieder in grossen Krystallen verlangt; um sich solche zu verschaffen, verdunste man jene reine Lauge, welche durch Auflösen einer grösseren Menge (80 bis 90 Pf.) Salz in 15 Theilen kalten destillirten Wassers

Digitized by Google

erhalten worden war, in einem spiegelblankgescheuerten kupfernen Kessel, bei sehr schwachem Kochen, bis zum Erscheinen einer dünnen Salzhaut, entferne sodann sämmtliches Feuer, verschliesse die Heitzthür, versehe den Kessel mit einem gutpassenden Deckel, verstopfe etwaige Fugen oder Oeffnungen mit wollenem Zeuge, verwahre den Deckel überhaupt noch mit wollenen Decken, um ein rasches Abkühlen der Lauge so viel als möglich zu verhüten, und lasse den Kessel unangerührt und vor aller Erschütterung gesichert 4 bis 5 Tage bei kalter, und 6 bis 7 Tage bei warmer Lufttemperatur stehen. Man erhält auf diese Weise sehr regelmässige Krystalle, von der Grösse einer Haselnuss und oft noch grösser; die besten befinden sich einzeln an der zu einer $\frac{1}{14}$ bis $\frac{1}{16}$" starken Rinde gewordenen Salzhaut. Das Salz an der rindenartigen Decke und an den Seiten des Kessels ist vollkommen weiss, das am Boden meistens etwas schmutzig, doch kann das letztere durch Waschen mit etwas destillirtem Wasser vom anhängenden Schmutz vollständig befreit werden. Einen solchen im kupfernen Kessel krystallisirten Brechweinstein habe ich niemals kupferhaltig gefunden, und beim Herausnehmen der Lauge aus dem Kessel fand man denselben bis dahin, wo die Lauge während der Dauer der Krystallisation gestanden, vollkommen spiegelblank und nur oberhalb dieses Punktes zeigte sich rund im Kessel herum ein bläulichgrüner Ring. — Diese Art und Weise, den Brechweinstein zu krystallisiren, ist zeitraubend und eigentlich nichts weiter als eine — chemische Spielerei, denn wenn der Brechweinstein chemisch rein, so ist es für den medicinischen Gebrauch wohl ganz gleichgültig, ob derselbe in kleinen oder grossen Krystallen erhalten wurde.

Der Brechweinstein krystallisirt in wasserhellen, geraden rhombischen Octaëdern, welche an der Luft porcellanartig, undurchsichtig und mürbe werden, bei der geringsten Erschütterung in kleine Stücke zerbrechen, ohne aber zu Pulver zu zerfallen. Durch Zerreiben stellt er ein völlig weisses Pulver dar; ist dasselbe gelblich, dann enthält es Eisen, und wird es feucht an der Luft, so ist das Präparat durch neutrales weinsteinsaures Kali verunreinigt. Der Brechweinstein ist geruchlos, schmeckt schwach süsslich, ekelhaft metallisch und löst sich in 14 Th. kaltem und 2 Th. kochendem Wasser auf; die Lösung reagirt sauer. In Weingeist ist er unauflöslich. In einer Glasröhre erhitzt, zer-

springen die Brechweinsteinkrystalle und verlieren, ohne vollständig zu schmelzen, unter Prasseln ihr Wasser, zugleich färbt sich das Salz, zersetzt sich, brenzliche Produkte werden entwickelt und es hinterbleibt eine kohlige Masse, welche ein Gemenge ist von kohlensaurem Kali, reducirtem Antimon und Kohle; an der Luft erhitzt verglimmt die Kohle, das Antimon schmilzt zu Kügelchen zusammen, oxydirt sich aber augenblicklich zum Theil wieder und stösst einen weissen Rauch von Antimonoxyd aus.

Der Brechweinstein ist zu untersuchen auf Kalk, Eisen, Kupfer, Arsen, Schwefelsäure, Salzsäure, freien Weinstein und, wie oben gesagt, auf neutrales weinsteinsaures Kali.

Arsenigsaures Kali.

$KO + As\,O_3$.

(Kali arsenicosum; Arsenite de potasse; Arsenite of potassa.)

Man erhitze in einem blanken eisernen Kessel 25 Pf. Aetzkalilauge von 1,33 sp. G. zum Sieden und trage nach und nach so viel gepulverte arsenige Säure ein, bis Neutralisation erfolgt ist. Hierauf filtrire man die Auflösung, wasche den Kessel mit etwas Wasser nach, lasse das Waschwasser ebenfalls durch das Filtrum laufen, gebe die klare Lauge zurück in den gereinigten Kessel, koche dieselbe langsam bis zur Consistenz eines dünnen Syrups ein, rauche sie bei mässigem Feuer und unter stetem Umrühren mit einem reinen eisernen Spatel zur Trockne ab, gebe die trockne Masse, nachdem sie sich ein wenig abgekühlt hat, in erwärmte Glasflaschen, verbinde diese mit Blase oder verpiche sie und bewahre sie an einem trocknen Orte auf. Zu 25 Pfund Aetzkalilauge wurden 17½ Pfund weisser Arsenik verbraucht und man erhielt 28½ Pfund arsenigsaures Kali.

Digitized by Google

Das arsenigsaure Kali bildet eine trockne, weisse Salzmasse, welche leicht feucht wird und sich leicht in Wasser löst; die Auflösung reagirt schwach alkalisch.

Arseniksäure.

As O_5.

(Arsensäure; Acidum arsenicicum; Acide arsénique; Arsenic Acid.)

Zwei Pfund arsenige Säure (weisser Arsenik in Stücken), in einem eisernen Mörser gröblich zerstossen, werden in eine Tubulatretorte gegeben und mit 24 Pfund schwefelsäure- und eisenfreier Salpetersäure, 25° B. stark, und 2 Pfund Salzsäure von 20 bis 21° B. stark, ebenfalls frei von Schwefelsäure und Eisen, übergossen. Man legt die Retorte ins Sandbad, fügt eine an ihren Hals gut anschliessende Vorlage an und erhitzt so lange, bis der Retorteninhalt die Consistenz eines dünnen Syrups zeigt. Nach dem Erkalten giesst man die Masse in eine Porcellanschaale, spühlt die Retorte mit etwas Wasser nach, dampft zur Trockne ab und erhitzt die trockne Masse im Platintiegel, um alle noch anhängende salpetrige Säure (Untersalpetersäure) auszutreiben. Hierauf nimmt man die Masse wieder in Wasser auf, filtrirt, wenn nöthig, und dampft die klare Flüssigkeit zur Trockne ein. Man erhielt $2\frac{7}{16}$ Pfund trockne Arseniksäure; wurde die Säure im flüssigen Zustande verlangt, dann löste man von der trocknen so viel in destillirtem Wasser, dass die Auflösung ein sp. Gew. von 1,180 (= 22° B.) zeigte.

Die Arseniksäure ist eine weisse, undurchsichtige, poröse und geruchlose Masse, besitzt einen ätzendsauren Geschmack, zieht leicht Wasser an, zerfliesst und bildet mit Wasser leichtzerfliessende Krystalle (in blumenkohlähnlichen Körnern); 2 Th. Wasser müssen 1 Th. Säure lösen. Sie ist sehr giftig, noch heftiger wirkend, als die arsenige Säure, wird durch Rothglühhitze in arsenige Säure

Oxalsäure.

$C_2 O_3$, HO + 2 HO oder $\overline{O}$ + 3 HO.

(Kleesäure, Sauerkleesäure, Zuckersäure; Acidum oxalicum, Acidum sacchari; Acide oxalique; Oxalic acid, Oxalate of water.)

1) Aus dem Sauerkleesalz. Man erwärmt etwa 15 bis 18 Quart destillirtes Wasser in einem bleiernen Kessel, trägt 6 Pf. Sauerkleesalz ein und fügt so lange kohlensaures Kali hinzu, als noch ein Aufbrausen statt findet. Der neutralen, noch warmen Lauge wird unter Umrühren so lange Bleizuckerauflösung hinzugesetzt, bis eine abfiltrirte Probe durch das Fällungsmittel nicht mehr getrübt wird. Sodann gibt man den Kesselinhalt in einen grossen Steintopf, füllt mit Wasser auf, rührt tüchtig um, lässt bis zum nächsten Tage stehen und zieht die vollkommen klare Lauge, welche man für trocknes essigsaures Kali verwerthet, ab. Der Niederschlag wird so lange mit destillirtem Wasser behandelt, bis eine Probe des Waschwassers beim Verdunsten keinen Rückstand mehr hinterlässt, worauf man denselben auf einem leinenen Spitzbeutel sammelt und ihn in gelinder Wärme trocknet; das Gewicht desselben beträgt 13 bis 13 $\frac{1}{8}$ Pfund. — Dieses trockne oxalsaure Bleioxyd zersetzt man durch 33,4 % seines Gewichts concentrirte Schwefelsäure, welche mit dem 10 fachen Gewicht Wasser verdünnt wird. Man mischt $4\frac{3}{8}$ Pf. concentrirte Schwefelsäure mit 44 Pf. destillirtem Wasser in einer bleiernen (am besten ovalen) Pfanne, stellt dieselbe ins Sandbad, setzt die erhaltenen $13\frac{1}{8}$ Pf. oxalsauren Bleioxydes nach und nach hinzu, digerirt den entstandenen Brei unter fleissigem Umrühren und bei gelinder Wärme 36 bis 40 Stunden lang, ersetzt das verdunstete Wasser durch frisch hinzugesetztes und giesst alsdann die Flüssigkeit klar ab; der weisse Bodensatz wird noch einigemal mit kaltem destillirtem Wasser behandelt, dann auf einen Spitzbeutel gegeben, mit Wasser nachgewaschen und getrocknet. Sämmtliche Flüssigkeiten dampft man in der vorher gereinigten bleiernen Pfanne ein und stellt die concentrirte Lauge an einen kalten Platz zur Krystallisation. Die erhaltenen Krystalle sammelt man auf einem Trichter und verdunstet die Lauge wiederholt zur Krystallisation; die geringe Menge bräunlich gefärbter Mutterlauge wird fortgegossen. Sämmtliche Krystallisationen werden bei gelinder Wärme auf

Digitized by Google

kalifreie) Oxalsäure erhalten. — Die in der Vorlage enthaltene Salpetersäure verarbeitet man mit Quecksilber zur Darstellung des rothen Oxydes.

3) Aus Weinsteinsäure. Bei Bereitung der Weinsteinsäure bleibt eine dickliche, dunkelbraungefärbte Lauge zurück, aus welcher man die letzten Säureantheile nicht wohl in Krystallen mehr abscheiden kann, und die Schwefelsäure und andere Substanzen enthält. Wenn sich von dieser Lauge ein hinreichendes Quantum angesammelt hat, bringt man sie dadurch aus der Arbeit, dass man sie mit Kreide behandelt, den erhaltenen und gut ausgewaschenen weinsteinsauren Kalk (welcher mehr oder weniger Gyps enthält) wiederum durch Schwefelsäure zersetzt und die Flüssigkeit aufs Neue für die Gewinnung von Weinsteinsäure verdunstet. Diese »braune Weinsteinsäure-Lauge« lässt sich aber vortheilhafter für die Darstellung von Oxalsäure verwenden, wie ich durch darüber angestellte Versuche hinreichend belehrt worden bin, wenn anders man Gelegenheit hat, Oxalsäure in grösseren Mengen — an Kattundruckereien u. dgl. — abzusetzen.

Man gibt 20 Pf. der Weinsteinsäure-Mutterlauge in eine grosse irdene Satte (oder in einen ziemlich tief abgesprengten Glaskolben), setzt dieselbe ins Sandbad, und sobald die Lauge durch und durch erwärmt ist, fügt man unter Umrühren mit einem Glasstabe 2 Pf. gewöhnliche Salpetersäure von 36 ° B. (= 1,33 sp. Gew.) in einem dünnen Strahle hinzu. Es erfolgt, unter Entwickelung rothbrauner Dämpfe, ein Aufschäumen der Masse; sobald sich diese verzogen haben, giesst man ab und zu unter Umrühren frische Mengen Salpetersäure in dünnem Strahle nach, jedesmal in Quantitäten von $\frac{3}{4}$ bis zu 1 Pf. und fährt damit so lange fort, bis auf Zusatz einer neuen Menge Salpetersäure und bei stärkerer Erwärmung keine untersalpetersauren Dämpfe sich mehr entwickeln. Hierauf dampft man die nunmehr leicht gelb gefärbte Flüssigkeit so weit ein, bis eine herausgenommene Probe nach dem Erkalten fast ganz zu Krystallen anschiesst, und stellt die Schüssel an einen kalten Ort. Die erhaltenen Krystalle werden auf gläsernen oder irdenen Trichtern gesammelt, die geringe Menge Mutterlauge giesst man fort. Nachdem die den Krystallen anhängende Lauge abgetropft ist, werden sie mit etwas kaltem Wasser abgespühlt, in einer por-

Ruhe überlassen. Durch drei- bis viermaliges Auflösen in destillirtem Wasser erhielt man eine von Salpeter- und Schwefelsäure freie Sauerkleesäure. Von 100 Pf. brauner Weinsteinsäure-Lauge und 60 Pf. Salpetersäure von 1,33 sp. G. wurden $18\frac{1}{2}$ Pf. reine Oxalsäure gewonnen.

Die Sauerkleesäure krystallisirt in farblosen, durchsichtigen, schiefen rhombischen Säulen oder Nadeln, ist geruchlos, schmeckt ungemein sauer, röthet stark das Lackmuspapier, wirkt (in grösseren Mengen) giftig, löst sich in gleichen Theilen kochendem und in 10 Th. kaltem Wasser, in 4 Th. kaltem, leichter in heissem Weingeiste auf. In der Wärme verliert sie erst ihr Krystallwasser (28,4 %) und verflüchtigt sich dann unter theilweiser Zersetzung in weissen stechenden Dämpfen, ohne einen Rückstand zu hinterlassen. Sie ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Salpetersäure, Schwefelsäure, (Kali,) Eisen, Blei.

Weinsteinsäure.

$$C_4\ H_2\ O_5 + HO = \overline{T} + HO.$$

(Weinsäure, Wesentliches Weinsteinsalz; Acidum tartaricum, Acidum tartari, Sal essentialis tartari; Acide tartrique; Tartaric acid.)

Um die Weinsteinsäure aus dem Weinstein abzuscheiden, hat man dieselbe zuerst an Kalk (Baryt) zu binden und zersetzt den erhaltenen weinsteinsauren Kalk darauf durch Schwefelsäure. Man neutralisirt die freie Säure des sauren weinsteinsauren Kalis (Weinstein) mit feingemahlener Kreide, wodurch weinsteinsaurer Kalk — ein in kaltem Wasser fast unlösliches krystallinisches Pulver — niederfällt und neutrales weinsteinsaures Kali in Auflösung bleibt; die klare Lauge verdunstet man zu Tartarus tartarisatus oder benutzt sie zur Anfertigung von Seignette-Salz (m. s.

Digitized by Google

bei diesen Artikeln). — Wenn aber der bei den genannten Präparaten als Nebenprodukt erhaltene weinsteinsaure Kalk zur Darstellung von Weinsteinsäure nicht ausreicht und es darauf ankommt, sich grosse Mengen desselben zu verschaffen, muss man den Weinstein total zersetzen und dessen ganzen Säuregehalt an Kalk binden. Solches geschieht auf nachstehende Weise.

In einem geräumigen und dabei etwas tiefen gusseisernen Kessel werden 40 bis 45 Eimer (480 bis 540 Quart) Regen- oder Flusswasser zum Kochen erhitzt, und in demselben 300 Pf. gemahlener gereinigter Weinstein mit feingemahlener (englischer) Kreide gesättigt. Der Zusatz der Kreide muss portionenweise geschehen, und hat man durch öfteres Umrühren mit einem hölzernen Spatel dafür zu sorgen, dass während des schwachen Kochens der Flüssigkeit der gebildete weinsteinsaure Kalk möglichst schwebend in derselben erhalten werde und sich nicht zu Boden lagere. Sobald die 300 Pf. Weinstein neutralisirt worden sind, entfernt man das Feuer, lässt den Kesselinhalt sich etwas absetzen, zieht die wenig trübe Lauge mittelst eines bleiernen Hebers in einen grossen Bottich, bringt den weinsteinsauren Kalk auf leinene Spitzbeutel und setzt die von denselben abfliessende Lauge der im Bottich befindlichen hinzu. Der weinsteinsaure Kalk wird einigemal mit kaltem Wasser gewaschen, das Waschwasser in den Kessel gegeben und dasselbe zur Absättigung neuer 300 Pf. Weinstein durch Kreide als Wasser mit benutzt. Der neutralen weinsteinsauren Kalilauge giesst man eine Auflösung von 100 Pf. geschmolzenem Chlorcalcium in 16 bis 20 Eimern Wasser zu, rührt fleissig um und lässt 36 bis 48 Stunden ruhig stehen. Die über dem Niederschlage stehende klare Lauge wird abgelassen und später in einer eisernen Pfanne eingekocht, um das in derselben enthaltene Chlorkalium zu gewinnen; den weinsteinsauren Kalk übergiesst man mit soviel Wasser, als der Stand der abgezapften Lauge in dem Bottich betrug, rührt tüchtig um, lässt absetzen, zieht die klar gewordene Flüssigkeit wieder ab und giesst dieselbe, sowie die späteren Waschwasser, fort, weil sie zur Gewinnung für das in ihnen enthaltene Chlorkalium zu schwach sind. Den in den Spitzbeuteln befindlichen weinsteinsauren Kalk fügt man dem im Bottich enthaltenen hinzu, süsst beide Niederschläge gemischt so lange aus, bis das Wasser geschmacklos abläuft, gibt den Rückstand auf Spitzbeutel, rüttelt und presst denselben, ohne ihn weiter zu

Digitized by Google

trocknen. Von 300 Pf. Weinstein, 100 bis 105 Pf. Kreide und 100 Pf. geschmolzenem salzsaurem Kalk erhält man 400 bis 405 Pfund trocknen weinsteinsauren Kalk.

Bei Zersetzung des weinsteinsauren Kalks durch Schwefelsäure ist es natürlich unnöthig, denselben vorher zu trocknen, nur muss man dessen Wassergehalt vor seiner Anwendung kennen lernen; weshalb man eine gewogene Menge bei der Temperatur des siedenden Wassers trocknet. In einem aus 2″ starken Bohlen von Nadelholz gefertigten Bottich, welcher 3′ 9″ hoch und 3′ 10″ weit ist, gibt man feuchten oder gepressten weinsteinsauren Kalk, der einer Gewichtsmenge von 125 Pf. trocknem entspricht, rührt ihn mit 6 Eimern heissen Wassers an, setzt ein Gemisch von 47½ Pf. concentrirter Schwefelsäure zu 66° B. und 8 Eimer (= 96 Quart) Wasser, und darauf noch 6 bis 8 Eimer siedendes Wasser hinzu, rührt gut durch, versieht den Bottich mit einem Deckel und lässt das Ganze, unter öfterem Umrühren, 3 Tage stehen, im Sommer unter einem bedeckten an den Seiten offenen Schuppen, im Winter in einem erwärmten Lokale. Hierauf wird die klare Lauge mittelst eines bleiernen Hebers abgezogen und in eine bleierne Pfanne von 8′ Länge bei 5′ Breite und 9″ tief gegeben. Man füllt den Bottich wieder mit heissem Wasser an, rührt tüchtig um, lässt 24 Stunden ruhig stehen, zapft die klare Lauge ab und gibt sie gleichfalls in die Pfanne; der Rückstand im Bottich wird mit 2 bis 3 Eimern Wasser angerührt, auf leinene Spitzbeutel gebracht und die klar abfliessende Lauge der in der Pfanne befindlichen hinzugesetzt. Man gibt nun den Gyps in den Bottich zurück, zerrührt ihn in Wasser, bringt ihn wieder auf die Beutel und fährt so lange fort, bis der saure Geschmack verschwunden ist. — Flüssigkeiten von ¾ bis 1° B. stark gibt man noch zum Abdampfen in die Pfanne, die letzten schwachen Waschwasser dagegen hebt man zum Aussüssen neuer Portionen auf, oder auch zum Wiederauflösen der Krystalle von Weinsteinsäure. — Man macht zur Zeit vier Ansätze, in den oben angegebenen Mengenverhältnissen von Kalktartrat, Schwefelsäure und Wasser; wenn die bleierne Abdampfpfanne etwa zu ⅓ mit Säure angefüllt ist, feuert man sie an, giesst klare Lauge aus den Bottichen nach und hält die Pfanne durch Nachgiessen frischer Lauge so lange 1½ bis 2″ unter dem Rande derselben mit Säure voll, bis eine herausgenommene und erkaltete Probe 28 bis 29° B. (= 1,239 bis 1,250 sp. G.) zeigt.

Digitized by Google

Sodann gibt man keine frische Säure mehr nach, sondern dampft mässig stark Kochen der Flüssigkeit ist durchaus zu vermeiden — und so weit ein, bis die Säure, kalt gewogen, 38° B. (= 1,355 sp. Gew.) stark ist. Jetzt entfernt man sämmtliches Feuer, lässt die Heitzthür offen und die Säure 12 bis 18 Stunden ruhig stehen, während welcher Zeit sich aller, zum grossen Theil schwebend in derselben erhaltener Gyps zu Boden gelagert hat. Hierauf wird die Säure mittelst eines bleiernen Hebers in eine kleinere bleierne Pfanne geleitet, welche dicht neben der grossen eingemauert ist, bei einer Länge von 4′ eine Breite von 30″ hat und 10″ tief ist. Den in der grossen Pfanne verbliebenen Bodensatz füllt man auf einen nicht zu dichten, vorher nass gemachten, leinenen Spitzbeutel und gibt die abfliessende Säure mit in die kleine Pfanne. Den auf dem Beutel verbliebenen Gyps bringt man in einen grossen Steintopf oder in einen kleinen Bottich und süsst ihn wiederholt mit kaltem Wasser aus; die hier abfallenden Waschwasser benutzt man zu neuen Ansätzen. Bei sehr mässigem Kohlenfeuer dampft man nun die in der kleinen Pfanne enthaltene Säure zu 40° B. (1,38 sp. G.) ein, filtrirt sie noch warm, mit etwas gröblich gepulverter Holzkohle versetzt, durch kleine Spitzbeutel von Flanell und gibt diese concentrirte Lauge in flache, unglasurte und gutgebrannte irdene Schüsseln (sogenanntes »braunes Zeug«); diese sind oben 15″ und unten 6″ im Lichten weit und haben eine Lichtenhöhe von 3½″. Ganz mit Säure angefüllt, werden die Satten oder Schüsseln auf ein Sandbad (Weinsteinsäure-Kanal) von 38½′ Länge und 6′ Breite gestellt, so dass man dasselbe mit vier Reihen Satten, eine jede Reihe etwa 30 Stück enthaltend, bequem besetzen kann. Man hat, je nach dem Betriebe der Fabrik, zwei oder drei solcher Sandbäder. Sie erhalten ihre Wärme von in der Nähe befindlichen Dampfkesseln, oder haben ein jedes seinen eigenen Feuerheerd; in diesem Falle sind die Heitzthüren ausserhalb der Arbeitslokale angebracht, um alles Stäuben von Flugasche u. s. w. zu verhüten. Die Feuerung geschieht mit langem Scheitholz oder, wo man Steinkohlen haben kann, mit beiden zugleich. Man lässt die Satten so lange im Sandbade stehen, bis sie laufen, d. h. bis die Oberfläche der Säure mit einer dünnen Haut überzogen ist, worauf sie in Repositorien gestellt werden, die an den Wänden des 14′ im Lichten breiten oder tiefen Lokales entlang aufgeführt sind. In diesen engen Regalen, welche, um an Platz zu gewinnen und zugleich eine Art

Digitized by Google

beutel, verdunstet die klare Lauge in Schüsseln im Sandbade und verfährt wie oben. Hat sich eine Partie gefärbter Säure angesammelt, so löst man dieselbe, unter Zusatz von Wasser, in einmal auskrystallisirter Lauge von vorhergegangenen besseren Anschüssen zu 34 bis 36° B. in der kleinen Pfanne auf und verfährt mit der Digestion mit Holzkohle und so fort, wie vorhin angegeben worden ist. Die Weinsteinsäure enthaltende Kohle sammelt man in einem mit Blei ausgelegten Bottich, laugt sie mit Wasser aus und benutzt das saure Wasser zum Aussüssen neuer Ansätze. Wiederholtes Umkrystallisiren gibt immer reinere Krystalle. Wenn die Lauge nach und nach braun sich gefärbt, dann tröpfele man in dieselbe, während des Verdunstens in den Satten im Sandbade, so lange reine Salpetersäure, bis sie nur noch gelblich gefärbt erscheint. Die allerletzte dunkelbraune Mutterlauge, welche keine Krystalle mehr geben will, wird mittelst Kreide in weinsteinsauren Kalk umgewandelt. Da dieselbe aber auch Schwefelsäure enthält, so ist dieses Kalktartrat auf die Gewichtsmenge an gleichzeitig erzeugtem Gyps zu untersuchen, um bei Zersetzung desselben für Weinsteinsäure nicht zu viel Schwefelsäure in Anwendung zu bringen.

Von 1200 Pf. gereinigtem Weinstein, 420 Pf. Kreide, 400 Pf. geschmolzenem Chlorcalcium und 616 Pf. 66grädiger Schwefelsäure wurden 720 bis 768 Pf., im Mittel 760 Pf. (= 62½ % des Weinsteins) gereinigte Weinsteinsäure erhalten.

Man nimmt die Zersetzung des weinsteinsauren Kalks durch Schwefelsäure auch wohl in grossen bleiernen Kesseln vor; ich selbst habe dabei keinen wesentlichen Nutzen gefunden; im Gegentheil kann es sich leicht zutragen, dass durch Fahrlässigkeit des Arbeiters, bei etwaigem starkem Erhitzen und nicht zeitigem Umrühren, der Brei sich theilweise am Boden festsetzt und ein Leckwerden des Kessels zur Folge hat.

Statt des gereinigten Weinsteins wurde, der grösseren Billigkeit halber, auch roher Weinstein zur Abscheidung der Weinsteinsäure verwendet, allein es erwächst dadurch eher ein Nachtheil, als ein Vortheil. Abgesehen davon, dass man weniger Säure erhält, so führt die Anwendung desselben auch noch den Uebelstand herbei, dass der weinsteinsaure Kalk nicht jenes weissliche Pulver bildet, welches von gereinigtem Weinstein erhalten wird, sondern

Digitized by Google

sauren), Salpetersäure, Oxalsäure, Zinn, Kupfer, Blei. Beim Vorhandensein von freier Schwefelsäure oder saurem weinsteinsaurem Kalk zieht sie Feuchtigkeit aus der Luft an.

Concentrirte Essigsäure.

$C_4\ H_3\ O_3 + x\,HO$ oder $\overline{A} + x\,HO$.

(Acetylsäure; Acidum aceticum concentratum, Acidum aceti; Acide acétique; Acetic acid.)

Essigsäure ist von mir aus verschiedenen essigsauren Salzen dargestellt worden.

1) Aus essigsaurem Kalk.

Achtzehn Pfund gepulverten essigsauren Kalk (m. s. unter diesem Artikel) übergiesst man in einem Glaskolben mit weitem, nicht zu hohem Halse, um dessen Rand man mit Mehlkleister bestrichene und bereits angetrocknete Papierstreifen geklebt hatte, mit 12 Pf. concentrirter Schwefelsäure. Es wird schnell ein gut passender Helm aufgesetzt, dessen Schnabel man, durch einen durchbohrten Kork gesteckt, mit einem zweiten, als Vorlage dienenden Kolben verbindet. Nachdem man die Fugen zwischen Destillirkolben und Helm mit steifem Mehlbrei und Gyps (oder gepulvertem Thon) verstrichen und mit Papier verbunden, auch die Vorlage und den Helmschnabel mit nassgemachter Blase umwickelt und verbunden, und in letztere einen Nadelstich gemacht, um der atmosphärischen Luft einen Ausgang zu gestatten, wird zuerst gelindes, nach und nach zu verstärkendes Feuer gegeben. Man unterhält das Feuer so lange, bis der Inhalt des Destillirkolbens trocken erscheint und aus dem Helmschnabel keine Tropfen mehr herausfallen. Sobald der Apparat erkaltet ist, wird das Destillat in eine gut zu verschliessende Flasche gegeben. — Man

Digitized by Google

besetzt in der Regel acht Kapellen mit solchen Mischungen, deren jede ihre eigene Feuerung hat; die Vorlagen liegen in einem gemeinschaftlichen Kasten auf festgenagelten ausgekehlten hölzernen Ringen, und über den Vorlagen ist eine hölzerne, mit Blei ausgelegte und für eine jede derselben mit einer Bleiröhre versehene Rinne angebracht, durch welche, sobald die Vorlagen anfangen warm zu werden, ununterbrochen ein Strahl kalten Wassers auf eine jede herabfliesst; an einer der Breitenseiten des Kastens befindet sich ein Bleirohr, durch welches das Wasser wieder abgeleitet wird. — Die Rückstände in den Destillirkolben lassen sich leicht herausbringen, indem man in einen jeden eine Hand voll scharfen Flusssand schüttet und soviel lauwarmes Wasser hinzugiesst, dass dasselbe eine Hand breit über dem Rückstande steht. Man schwenkt den Kolben hin und wieder um, und während eines Tages ist der Rückstand losgeweicht, um die nun schmierige Masse herausgiessen und den Kolben mit Wasser nachspühlen zu können; bei einiger Vorsicht zerbricht äusserst selten ein Kolben. — Da die so gewonnene Essigsäure stets schweflige Säure und auch wohl Schwefelsäure enthält, wird sie über Bleizucker und Braunstein rectificirt. Zu dem Ende rectificirt man das Gesammt-Destillat aus den acht Kolben in nur 4 Stück. In einem jeden übergiesst man $\frac{13}{16}$ Pf. Bleizucker und $1\frac{1}{8}$ Pf. gemahlenen Braunstein mit dem vierten Theile der erhaltenen rohen Säure, setzt einen Glashelm auf, legt einen Kolben als Vorlage an und destillirt bei mässigem Feuer bis zur Trockne. Man erhielt aus 144 Pf. essigsaurem Kalk, 96 Pf. Schwefelsäure von 66° B., $3\frac{1}{4}$ Pf. Bleizucker und $6\frac{1}{2}$ Pf. Braunstein 100 Pf. reine Essigsäure von 1,075 sp. Gew.

2) Aus essigsaurem Kalk und saurem schwefelsaurem Kali.

Von 9 Pf. essigsaurem Kalk, 12 Pf. Scheidewasserböden und 5 Pf. Schwefelsäure zu 66° B. wurde ein Destillat erhalten, welches, über $\frac{1}{2}$ Pf. Braunstein rectificirt, 8 Pf. reine Essigsäure gab, die ein sp. Gew. von 1,072 zeigte.

3) Nach der hannoverschen Pharmacopöe.

Man verdünnt 6 Pfund Schwefelsäure von 66° B. in einem bleiernen Kessel mit 18 Pfund Wasser, setzt 12 Pfund gepulvertes

Digitized by Google

schwefelsaures Kali hinzu, verdunstet die Auflösung unter stetem Umrühren mit einem irdenen Spatel bis auf etwa $\frac{1}{6}$ ihres Volums und raucht dann in einer irdenen oder porcellanenen Schaale zur Trockne ab. Dieses vollkommen trockne saure schwefelsaure, Kali (19½ Pf.) wird mit 9 Pf. trocknem (staubförmigem), salzsäurefreiem essigsaurem Natron innig vermengt, das Gemenge in eine Retorte gegeben, in eine Sandkapelle eingelegt, eine Vorlage angeschoben und lutirt. Man gibt zuerst gelindes, nach und nach zu verstärkendes Feuer und unterhält dasselbe so lange, bis an dem Schnabel der Retorte sich keine Tropfen mehr zeigen. Nach dem Erkalten wird das Destillat über ½ Pf. gemahlenen Braunstein rectificirt; es wurden 6½ Pf. reine Essigsäure erhalten von 1,060 sp. Gew.

4) Aus essigsaurer Magnesia.

330 Pf. kohlenhaltige essigsaure Magnesia (60 Pf. Kohle enthaltend; m. s. bei diesem Artikel) übergiesst man in einer gusseisernen Blase von 26 bis 28 Eimer (= 312 bis 336 Quart) Inhalt mit 200 Pf. in einer bleiernen Pfanne von 60° B. (= 1,717 sp. G.) eingedampfter Schwefelsäure aus der grossen Kammer, rührt mit einem hölzernen Spatel gut um und setzt einen kupfernen (oder irdenen) Helm auf, dessen Schnabel mit einem, durch ein mit Wasser angefülltes Kühlfass gehenden, kupfernen (irdenen) Rohre verbunden ist. Nachdem sämmtliche Fugen mit einer Paste aus Mehlkleister und Thon oder Gyps verstrichen, mit Papier überklebt und die Verkittungen etwas angetrocknet sind, gibt man gelindes Feuer und verstärkt dasselbe allmählig, bis keine Säure mehr überdestillirt. Sobald die Destillation beendigt ist, wird alles Feuer entfernt und die Heitzthüre offen gelassen; nach etwa 1 Stunde giesst man einige Eimer Wasser in die Blase, um den Rückstand aufzuweichen, welcher später in einen mit Blei ausgelegten Bottich gegeben, mit Magnesiahydrat oder mit Abfällen von kohlensaurer Magnesia gesättigt und auf Bittersalz benutzt wird. — Das Destillat wird in einer kupfernen Blase, mit einem Helm von Porcellan und porcellanenem Kühlrohr, rectificirt. In dieser Blase übergiesst man 3 Pfund Bleizucker und 12 Pfund Braunstein mit der rohen Essigsäure und, nachdem der Helm aufgesetzt, die Fugen mit dem obenerwähnten Kitt verstrichen und mit Papier überklebt sind, destillirt man bei zuerst gelindem, nur

Digitized by Google

allmälig zu verstärkendem Feuer, bis nichts mehr übergeht. Die ersten 8 bis 9 Pfund und die letzten 4 bis 6 Pfund werden besonders aufgefangen, indem das erste Destillat meistens einen nicht reinen Geruch hat und oft auch zu schwach ist, um mit der übrigen Säure vermischt werden zu können, das letzte aber hin und wieder Spuren von Kupfer enthält und mannigmal auch einen Beigeruch besitzt. Von den angewandten 330 Pf. kohlenhaltiger essigsaurer Magnesia (= 270 Pf. kohlenfreier) wurden 415 Pf. chemisch-reine Essigsäure von 1,045 sp. G. erhalten, welche mit der Bezeichnung »concentrirter Essig« (Acetum concentratum; Vinaigre concentré; Concentrated vinegar) ein Handelsartikel ist.

Da in chemischen Fabriken hin und wieder »destillirter Essig« (Acetum destillatum; Vinaigre distillé; Distilled vinegar) verlangt wird, durch die Destillation von gewöhnlichem Essig (Schnellessig) man aber einen Artikel erhält, dessen Säuregehalt wohl niemals constant ist, bereitet man einen solchen am besten durch Vermischen von Essigsäure mit Wasser. 8 Pf. Essigsäure von 1,045 sp. G. und 40 Pf. destillirtes Wasser gaben 48 Pfund destillirten Essig von 1,010 sp. Gew.

5) Aus essigsaurem Bleioxyd.

In einem nicht zu kurz abgesprengten Glaskolben, dessen Hals zur Aufnahme eines gläsernen Helms mit Papierstreifen umklebt ist, schüttet man 24 Pf. zerriebenen Bleizucker, giesst hierauf ein erkaltetes Gemisch von 6½ Pf. 66 grädiger Schwefelsäure und 3 Pf. Wasser hinzu, schwenkt den Kolben vorsichtig, bis ein möglichst gleichförmiges Gemisch entstanden ist und setzt ihn in eine Kapelle auf eine 1″ hohe Unterlage von Sand, worauf man denselben mit so viel Sand umschüttet, dass er mit dem Kolbeninhalte in ziemlich gleicher Höhe steht. Sodann setzt man den Helm auf und verbindet dessen Schnabel, mittelst eines durchbohrten Korkes, mit einem zweiten, als Vorlage dienenden, grossen Kolben. Das Verkleben der Fugen u. s. w., das Abkühlen der Vorlage und das Feuern des Kolbens geschieht ebenso, wie unter 1) bei der Destillation der Säure aus essigsaurem Kalk angegeben worden ist. Das erhaltene Destillat, welches schwefelige Säure enthält, wird in einem reinen, mit Helm und Vorlage ver-

Digitized by Google

sehenen Glaskolben über $\frac{1}{4}$ Pf. Bleizucker und $\frac{1}{2}$ Pf. Braunstein rectificirt. Von 24 Pf. Bleizucker wurden $13\frac{1}{8}$ Pf. reine Essigsäure von einem sp. G. variirend zwischen 1,055 und 1,060 (und $17\frac{3}{4}$ Pf. schwefelsaures Bleioxyd) erhalten.

Bei der Destillation der Essigsäure in gläsernen Gefässen ziehe ich unbedingt die Kolben (mit aufgesetzten Helmen) den Retorten vor, einmal, weil das Destillat nicht so leicht, durch Aufspritzen vom Kolbeninhalte, verunreinigt werden kann und auch, weil die ersteren nach der Destillation viel leichter gereinigt werden können, als die Retorten.

Reine Essigsäure bildet eine farblose Flüssigkeit, von starkem durchdringendem, angenehm saurem, nicht brenzlichem Geruch und sehr saurem Geschmack. Das specifische Gewicht der in Fabriken bereiteten Säure ist, je nach dem Verlangen der Besteller, von 1,045 bis 1,065 bis 1,070. Die Essigsäure muss sich beim Erhitzen, ohne Rückstand zu hinterlassen, verflüchtigen und ist auf die Gegenwart von schwefliger Säure, Schwefelsäure, Salzsäure, Eisen, Kupfer, Blei, Zinn zu prüfen.

Essigsäurehydrat.

$C_4\ H_3\ O_3 + HO$ oder $\bar{A} + HO$.

(Krystallisirte, Krystallisirbare oder Concentrirteste Essigsäure, Eisessig, Radikalessig, Grünspahnspiritus; Acidum aceticum crystallisatum, s. crystallisabile, s. concentratissimum, s. glaciale, Acetum glaciale; Acide acétique cristallisable, Vinaigre radical, Esprit du verdet ou Esprit du vert-de-gris; Crystallizable acetic acid, Radical vinegar, Spirit of verdigrise.)

Zwölf Pfund Bleizucker zerreibt man in einem steinernen (oder porcellanenen) Mörser und trocknet das Pulver, auf mit Papier belegten Horden dünn ausgebreitet, bei gelinder Wärme in der Trockenkammer; es werden 10 bis $10\frac{1}{4}$ Pf. trockner Blei-

Digitized by Google

zucker als staubförmiges Pulver erhalten. Man gibt dasselbe in eine reine und trockne grosse Tubulatretorte, setzt dieselbe in eine Kapelle auf eine 1″ hohe Sandunterlage, lutirt eine vollkommen trockne grosse Vorlage, die in einem Kasten auf einem Strohkranz ruht, mit feuchter Blase an, macht in diese einen Nadelstich, um der atmosphärischen Luft den Ausgang zu gestatten, setzt eine mit einem gutpassenden, durchbohrten Kork versehene, doppelt gebogene Trichterröhre (Sicherheitsröhre) in den Tubulus ein und lutirt daselbst gleichfalls mit nassgemachter Blase. Sobald die feuchten Blasenstücke angetrocknet sind, giesst man 16 Pf. durch Destillation gereinigte Schwefelsäure von 1,85 sp. G. in kleinen Portionen durch den Trichter hinzu und lässt auf den Bauch der Vorlage ununterbrochen einen Strahl kalten Wassers laufen, bis die Destillation beendigt ist; an der einen Breitenseite des Kastens ist ein bleiernes Röhrchen angebracht, welches das Wasser wieder ableitet. Nachdem die ganze Säure eingegossen ist, wird ein ganz schwaches Holzkohlenfeuer so lange unterhalten, bis keine Nebel und Tropfen mehr übergehen, worauf man erkalten lässt. Das Destillat enthält schwefelige Säure, nicht selten Spuren von Blei und Schwefelsäure, weshalb man dasselbe in einer trocknen Retorte über $\frac{3}{4}$ Pf. feingepulverten und völlig trocknen Braunstein langsam erwärmt und in einer angefügten trocknen Vorlage aufhängt; die rectificirte Säure wird in einer trocknen und mit Glasstöpsel gut verschlossenen Flasche an einem trocknen — nicht warmen — Platze aufbewahrt. Von 12 Pfund Bleizucker wurden von 3 $\frac{1}{4}$ bis 3 $\frac{1}{2}$ Pfund Essigsäure erhalten.

Sehr oft stellte man das Präparat auch aus staubförmigem (trocknem), reinem essigsaurem Natron dar; man erhielt von 12 Pf. desselben 4$\frac{1}{2}$ bis 4$\frac{7}{8}$ Pf. Säure.

Die krystallisirte Essigsäure enthält 14,89 % oder 1 Atom chemisch-gebundenes Wasser, erscheint unter + 13 ° C. in farblosen, durchsichtigen Blättchen, schmilzt bei + 16 ° und bildet dann eine farblose Flüssigkeit von 1,063 sp. Gew. — Sie riecht durchdringend, stechend sauer, raucht an der Luft (ihre Dünste ziehen den Wasserdampf aus derselben an), verliert nach und nach ihre krystallinische Beschaffenheit und zerfliesst; sie schmeckt stark sauer, stechend und macht die Oberfläche der Zunge wund. Sie löst Nelkenöl, Camphor u. s. w. auf, siedet bei 118° C. und

Digitized by Google

verdampft vollständig, ohne sich zu entmischen, ist entzündlich, brennt mit blauer Flamme und bildet dabei Kohlensäure und Wasser. Sie ist zu prüfen auf die Gegenwart von Schwefelsäure, schwefliger Säure, Blei.

Ameisensäure.

$C_2\ HO_3 + x\ HO$ oder $\overline{F} + x\ HO$.

(Formylsäure; Acidum formicicum; Acide formique; Formic acid.)

Ein Pfund weisser Zucker wird in 2 Pf. Wasser gelöst, die Auflösung in eine grosse Tubulatretorte, mit vorgelegtem tubulirtem Kolben, gegeben, worauf man 3 Pf. pulverisirten Braunstein zusetzt, das Ganze bis auf etwa 60 ° C. erwärmt und dann eine Mischung von 3 Pf. Schwefelsäure von 1,845 sp. Gew. und 3 Pf. Wasser in kleinen Portionen hinzufügt. Diese Vorsicht ist deshalb zu beobachten, weil die Masse sehr stark schäumt und im entgegengesetzten Falle zu befürchten steht, dass dieselbe durch den Schnabel der Retorte übersteigt. Sobald aus dem Tubulus der Retorte ein stechender Geruch nach Ameisen sich entwickelt, verkorkt man denselben, giesst die übrige Schwefelsäure periodenweis nach, verkittet mit steifer Mehlpaste und verbindet mit Blase; hierauf wird das Feuer verstärkt und bis zur Trockne destillirt. Das erhaltene trübe Destillat mit einer obenaufschwimmenden Oelschicht wird in eine Stöpselflasche gegeben und bei Seite gestellt. Am nächstfolgenden Tage wird eine neue Quantität roher Säure aus gleichen Gewichtsmengen der angegebenen Materialien bereitet. Die Produkte aus beiden Operationen werden mit reinem krystallisirtem kohlensaurem Natron gesättigt, wovon man $1\frac{5}{16}$ Pf. gebrauchte. Die filtrirte Flüssigkeit wird in eine Porcellanschaale gegeben, etwas gröblich gepulverte Holzkohle untergerührt und auf $\frac{1}{4}$ Stunde ins warme Sandbad gestellt; man filtrirt dann ab, giesst etwas Wasser über den Filterinhalt, gibt

die Flüssigkeit in die reingewaschene Schaale zurück und verdunstet sie unter Umrühren bei gelinder Wärme zur Trockne. Es wurden $1\frac{5}{16}$ Pf. trocknes ameisensaures Natron von weisser Farbe erhalten.

Diese 21 Unzen ameisensaures Natron gibt man in eine Tubulatretorte, schiebt eine Vorlage an, verklebt mit feuchter Blase, in welche ein Nadelstich gemacht wird, giesst ein erkaltetes Gemisch von $1\frac{7}{8}$ Pf. concentrirter Schwefelsäure und eben so viel Wasser durch den Tubulus, verschliesst mit einem Korke und verbindet mit Blase. Nachdem die Blasenstücke angetrocknet sind, gibt man zuerst gelindes, nach und nach zu verstärkendes Feuer und unterhält dasselbe, bis der schwärzlich gewordene Rückstand sich stark aufzublähen anfängt. Von 2 Pf. Zucker und den übrigen Materialien wurden $2\frac{5}{8}$ Pf. Ameisensäure von 1,075 sp. Gew. gewonnen.

Die Ameisensäure bildet eine farblose Flüssigkeit von stechend saurem Geruch (dem der Essigsäure etwas ähnlich) und starksaurem Geschmack. Die concentrirte Säure hat ein sp. G. von 1,235 bei 12° C., krystallisirt bei — 1° in breiten glänzenden Blättern, welche bei + 1° schmelzen, kocht bei 98,5°, ihre Dämpfe lassen sich entzünden und brennen mit blauer Flamme. Sie lässt sich ohne Zersetzung destilliren und mit Wasser, Weingeist und Aether in jedem Verhältniss verdünnen; wird durch concentrirte Schwefelsäure in Wasser und Kohlenoxydgas zerlegt, durch Salpetersäure und Chlor in Wasser und Kohlensäure; sie reducirt Silber- und Quecksilbersalze.

Die Ameisensäure ist zu untersuchen auf Verunreinigung durch Essigsäure, Salzsäure und Schwefelsäure. — Um auf einen Gehalt an Essigsäure zu untersuchen, welche häufig mit ihr zugleich gebildet wird, koche man eine mit Wasser verdünnte Probe mit überschüssigem Quecksilberoxyd und filtrire, wenn kein Aufbrausen mehr stattfindet. Erzeugt Schwefelwasserstoffwasser eine schwarze Trübung in dem Filtrate und verbleiben federartige oder blätterige Krystalle nach dem gelinden Verdunsten eines anderen Theils des Filtrats, so ist die Gegenwart der Essigsäure erwiesen. In diesem Falle muss man die Ameisensäure mit kohlensaurem Bleioxyd sättigen, das gebildete schwerlösliche, ameisensaure Bleioxyd von dem gelöst gebliebenen essig-

Digitized by Google

und mit $\frac{1}{3}$ seines Gewichtes concentrirte, mit einer gleichen Menge Wasser verdünnten, Schwefelsäure destilliren.

Gallussäure.

$$C_{14}\ H_3\ O_7 + 3\,HO + 2\,Aq = \overline{G} + 3\,HO + 2\,Aq.$$

(Galläpfelsäure; Acidum gallicum; Acide gallique cristallisé; Gallic acid.)

Zehn Pfund feingestossener Galläpfel werden in zwei grosse und dabei weite irdene Schüsseln vertheilt und mit so viel destillirtem Wasser angerührt, dass ein dünner Brei entsteht. Man stellt die Schüsseln in die Nähe des Sandbades oder auf den hintersten Theil des Weinsteinsäure-Kanals, auf eine drei bis vier Schicht hohe Backsteinunterlage, und lässt das Gemisch unter öfterem Umrühren und Erneuern des verdunsteten Wassers mehrere Monate oder so lange stehen, bis in einer abfiltrirten Probe durch Hausenblasen- (Leim-) Auflösung kein Niederschlag mehr oder höchstens nur noch eine sehr schwache Trübung entsteht, mithin sämmtlicher Gerbestoff (Gerbesäure) der Galläpfel in Gallussäure umgewandelt worden ist. Wenn dieser Zeitpunkt eingetreten, gibt man den Brei aus beiden Schüsseln in einen kupfernen Kessel, verdünnt denselben mit 5½ bis 6 Eimer Wasser, kocht ihn mindestens ½ Stunde lang, giesst das Ganze auf ein über einen Tenakel gespanntes dichtes, leinenes Tuch und wäscht den Rückstand mit siedend heissem, destillirtem Wasser nach. Sämmtliche Flüssigkeiten werden in dem blankgescheuerten kupfernen Kessel über Kohlenfeuer bis auf 12 bis 14 Quart rasch eingedampft, ohne die Flüssigkeit ins Kochen zu bringen, worauf man die concentrirte, dunkelgefärbte Auflösung in einer irdenen oder porcellanenen Schüssel im Sandbade bis zur Syrupsdicke eindampft, mit 2 Pf. feingepulverter Holz- oder gereinigter Thierkohle vermischt und, unter Umrühren mit einem Spatel von

Digitized by Google

Nadelholz, zur Trockne bringt. Sodann zerreibt man die trockne Masse, gibt dieselbe in einen Kolben und digerirt sie zweimal mit dem vierfachen Gewicht Alkohol von 80 bis 85 % im Sandbade; die warm filtrirten, gelblich gefärbten, geistigen Solutionen werden, unter Zusatz von etwas Wasser, in einer Retorte der Destillation unterworfen, um den Alkohol wieder zu gewinnen. Den in der Retorte befindlichen krystallinischen Brei spühlt man in eine Porcellanschaale und setzt noch so viel Wasser hinzu, dass beim Erhitzen eine vollständige Lösung erfolgt, worauf man schnell filtrirt und die Lösung an einen kalten Platz stellt. Nach mehreren Tagen wird die krystallinische Masse ausgepresst und durch Eindampfen der Mutterlauge noch etwas Säure gewonnen; sämmtliche Säure reinigt man durch nochmaliges Auflösen in kochendem destillirtem Wasser und Krystallisiren. Von 10 Pf. schwarzen Galläpfeln wurden 2 ¾ Pf. reine Säure erhalten.

Die Gallussäure krystallisirt in feinen, weissen, seidenglänzenden Nadeln, ist geruchlos, schmeckt gelind säuerlich zusammenziehend, löst sich in 100 Th. kaltem, viel leichter in heissem Wasser auf, leichter noch in Alkohol, auch etwas in Aether; die Auflösungen röthen Lackmuspapier, die wässerige Lösung zersetzt sich nach und nach an der Luft, unter Bildung von Schimmel und einer schwarzen Substanz. In der Hitze lässt sich die Gallussäure vollständig sublimiren, wobei sie aber unter Bildung von Kohlensäure und Brenzgallussäure (Acidum pyrogallicum; Acide pyrogallique; Pyrogallic acid) zersetzt wird und nun in feinen Schuppen und Blättern erscheint. Die Gallussäure ist auf die Verunreinigung durch Gerbesäure zu prüfen; eine Auflösung derselben darf durch Leimsolution nicht im Mindesten getrübt werden.

Digitized by Google

Benzoësäure.

$C_{14}\ H_5\ O_3 + HO$ oder $\bar{B}z \cdot$

(Benzoylsäure, Benzoëblumen, Benzoësalz; Acidum be
Acide benzoïque, Fleurs de benjoin; Benzoic acid

Die Benzoësäure wird sowohl auf trockn
Wege aus der Benzoë (auch wohl aus eine
derselben durch Vermischen mit Wasser u
stilliren des Alkohols) erhalten, und eine gr
Ausbeute an Säure hängt von der Güte de
ab; die sogenannte Mandelbenzoë (Ben
die feinste Sorte und gibt die grösste Meng

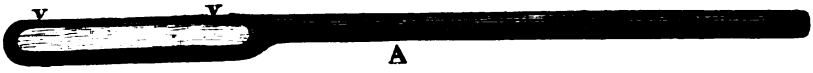
1) Auf trocknem We

16 Pf. gepulvertes Benzoëharz werden
nen Schüssel mit 1 Pf. Schwefelsäure von
hölzernen Spatels gut vermengt und in ei
geben, welche nur zur Hälfte mit der Benz
deren Hals man 5 bis 6 " lang abgespreng
Weise beschickt man andere 7 abgesprengte
dieselben in eiserne Kapellen — eine jede
Sandschicht — ein, schiebt geräumige Vor
schen den Hals der Retorte und den der
lange und etwa $\frac{1}{16}$ " weite Glasröhre, un
Luft Ausgang zu lassen, und verklebt mit
eine jede Kapelle hat ihren eigenen Feue
Retorten bis fast an ihre Wölbungen mit
gibt man so lange gelindes Feuer, bis an
tortenhalses keine Tropfen mehr sichtbar
lagen abgenommen und die in ihnen enth
keiten als werthlos fortgegossen werden,
säure enthalten. Sobald die Vorlagen wi
verklebt worden, schüttet man so viel war
die Wölbungen der Retorten ganz davon b
stärkt ein wenig das Feuer, worauf nach
ausgetrieben wird und sich im Halse der
ringen Theil, an der Wölbung der Vorlage

Digitized by Google

längerem Erhitzen häufen sich die Krystalle in dem Retortenhalse so stark an, dass es den Anschein hat, als sei derselbe verstopft, worauf man dieselben herausnimmt. Ehe solches geschieht, öffnet man die Heitzthür vor demjenigen Ofen, dessen Retorte zuerst in Angriff genommen werden soll, schneidet alsdann das Lutum durch, nimmt die Vorlage ab und zieht die Säure, welche an dem Untertheile des Retortenhalses eine von Oel imprägnirte, fettig scheinende Masse bildet, mittelst eines hölzernen Löffels (Fig. 92) in das reine Bodenstück einer zerbrochenen Retorte (man kratzt die Säure).

Fig. 92.



(Der ganze Löffel A, aus Pappelholz gearbeitet, ist 24 bis 26″ lang, von v bis v $6\frac{1}{2}$ bis 7″ ausgekehlt und daselbst $1\frac{5}{8}$ bis $1\frac{3}{4}$″ breit.)

Die Vorlage wird wieder dicht an den Retortenhals geschoben und — wenn nöthig, was aber selten der Fall, da die haftengebliebenen Papierstreifen fest aneinander passen — mit Mehlkleister und Papier verklebt. Ein Gleiches nimmt man mit den übrigen Retorten vor, und fährt mit dem Feuern der Kapellen und dem Kratzen der Säure so lange fort, bis bei Hinwegnahme von Sand von der Retortenwölbung man von dem schwärzlichen Bodenrückstande keinen Sublimat mehr aufsteigen sieht. Sobald die Destillation so weit gediehen, zieht man die Säure nochmals heraus und gibt zuletzt ein starkes Feuer durch Aufwerfen einer Schaufel voll Steinkohlen oder, in Ermangelung derselben, durch Holz. Die ganze Destillation dauert $3\frac{3}{4}$ bis 4 volle Tage, während welcher Zeit der dabei angestellte Arbeiter die Destillation von Bernsteinsäure und das Schmelzen von Phosphorsäure im Platintiegel zugleich zu besorgen hat. — Bei dem Kratzen der Säure hat sich der Arbeiter vor dem Einathmen der Säuredämpfe in Acht zu nehmen, da dieselben ein Kratzen im Halse verursachen und Husten erregen. Nach dem Erkalten werden die Inhalte der Vorlagen, aus Oel, etwas Wasser und wenig an den

Digitized by Google

oberen Bäuchen haftender Säure bestehend, auf ein wollenes Tuch geschwenkt, durch welches Oel und Wasser abfliessen, während die Säure auf demselben zurückbleibt; letztere wird etwas gepresst und dem übrigen Sublimate beigegeben, Oel und Wasser aber giesst man fort. Die erhaltene Säure wird, durch ihren Oelgehalt zum Theil eine zusammenhängende Masse bildend, im Serpentinstein-Mörser zerdrückt und zwischen Papier gepresst. — Von 128 Pf. Benzoëharz wurden 18¼ Pf. rohe Säure erhalten, und zur Sublimation derselben waren 1½ Malter = 96 Kubikfuss Buchenholz erforderlich.

Aus den Retorten lässt sich der glänzend schwarze poröse Rückstand mit nicht zu grosser Mühe herausbringen; man gibt in dieselben etwas Holzasche, Sand und einige Quart heisses Wasser und schwenkt sie öfters um, wodurch die Rückstände losweichen und leicht herausgespühlt werden können, so dass man sie noch einigemal für denselben Zweck oder zur ersten Rectification des rohen Thieröls oder zu ähnlichen Arbeiten benutzen kann.

Um die destillirte Säure zu reinigen, wird sie mittelst Dampf in Wasser aufgelöst und krystallisiret. Man bedient sich dazu eines dichten Fässchens von 16″ Durchmesser und 27″ Höhe, welches im Oberboden eine Oeffnung zur Aufnahme einer zinnernen Röhre hat, die mit dem zinnernen Helm einer kleinen kupfernen Blase oder besser mit einer vom Dampfkessel kommenden Röhre in Verbindung steht und ausserdem mit einem durch einen hölzernen Zapfen verschliessbaren Loche von 1⅛ bis 1¼″ im Durchmesser versehen ist; am Boden ist ein hölzerner Hahn eingeschroben. Sobald Alles gehörig zusammengestellt ist, giesst man 28 bis 30 Quart destillirtes Wasser (am besten warmes oder heisses, wenn es leicht zu haben ist) durch die ⅝ zöllige Oeffnung in das Fass, lässt Dampf durchstreichen, schüttet, wenn das Wasser siedet, 3 Pf. der gepressten rohen Säure portionenweis hinein und lässt, nachdem dieselbe vollständig aufgelöst ist, die heisse Auflösung durch den Hahn und durch ein, über einen Tenakel gespanntes dichtes weisswollenes Tuch in irdene Schüsseln ab, welche mit Papier bedeckt, an einen kalten Ort gestellt werden. Auf gleiche Weise wird eine zweite Auflösung angefertigt und man könnte mit der sämmtlich vorhandenen Rohsäure so fort-

Digitized by Google

fahren, allein das ist aus dem Grunde nicht rathsam, weil nach den Krystallisationen der Säure eine zu grosse Menge schwacher Auflösung sich ansammeln würde; man benutzt daher die letztere, statt Wasser, zum Auflösen der übrigen rohen Säure. Sämmtliche so gereinigte Säure wird auf einem reinen leinenen Tuche gesammelt, etwas gepresst, auf mit Papier belegten Horden und mit Papier bedeckt bei gelinder Wärme in der Trockenstube getrocknet und in weitmündigen, mit Korkstöpseln versehenen Flaschen aufbewahrt. Die nach der Krystallisation zurückbleibende Flüssigkeit wird in einer der irdenen Schüsseln nach und nach im Sandbade zur Trockne eingedampft; man erhält dadurch noch etwas Benzoësäure, welche aber schmutzig und gefärbt, und deshalb unverkäuflich ist. Man verwendet sie zur Darstellung von benzoësauren Salzen — wenn das eine oder das andere derselben verlangt wird — oder man treibt sie, mit etwas Kohlenpulver vermischt, in einem Kolben oder in einer Retorte, im Sandbade auf. Von 128 Pf. Benzoëharz wurden 16½ Pf. reine weisse Benzoësäure gewonnen. Ein anderes Mal (1837) erhielt man von 162 Pf. Benzoë (in 9 Retorten vertheilt und unter Zusatz von 10⅓ Pf. Schwefelsäure zu 60° B.) 21⅝ Pf. roher, und aus dieser 19¼ Pf. reiner weisser Säure.

2) Auf nassem Wege.

Um die Benzoësäure auf dem nassen Wege aus dem Harze abzuscheiden, schliesst man das letztere durch kohlensaures Kali, kohlensaures Natron, oder, nach Scheele, durch Kalkhydrat auf; die Anwendung des letzteren ist zweckmässiger, weil dabei das Harz in der Hitze nicht zusammenschmilzt und man mehr Säure erhält. 50 Pf. gepulvertes Benzoëharz werden mit 12½ Pf. abgesiebtem Kalkhydrat innig vermischt, in einem reinen kupfernen Kessel mit reinem Wasser (etwa 50 Quart) zum dünnen Brei angerührt und 10 bis 12 Stunden, unter öfterem Umrühren mit einem hölzernen Spatel und Ersetzen des verdampften Wassers, digerirt. Sodann setzt man 25 bis 26 Eimer (300 bis 312 Quart) reines Wasser hinzu, kocht unter beständigem Umrühren so lange, bis etwa 8 Eimer (96 Quart) Wasser verdampft sind, filtrirt durch einen weissen leinenen Spitzbeutel, giesst die Auflösung in einen reinen hölzernen Bottich, kocht den Rückstand nochmals mit 12

Digitized by Google

bis 13 Eimern (144 bis 156 Quart) Wasser aus und gibt die filtrirte Flüssigkeit der im Bottich befindlichen bei. Nachdem der Kessel gereinigt und blankgescheuert ist, wird sämmtliche Lauge in demselben durch schwaches Kochen bis auf etwa 8 Eimer (96 bis 100 Quart) verdunstet, diese concentrirte Flüssigkeit, wenn nöthig, filtrirt und derselben in einem kleinen Bottich oder in Steintöpfen und unter stetem Umrühren so lange von Eisen und Schwefelsäure freie Salzsäure zu 17° B. (= 1,130 sp. G.) hinzugesetzt, als noch eine weisse Trübung hervorgebracht wird, worauf man sie 36 bis 48 Stunden an einem kühlen Platze ruhig stehen lässt. Die nach dieser Zeit in Form eines krystallinischen Breies ausgeschiedene Benzoësäure sammelt man auf einem reinen, weissleinenen Spitzbeutel oder auf einem grossen Leinwandtuche, presst sie aus, löst sie, wie vorhin unter 1) angegeben, mittelst Dampf in Wasser auf, lässt die Auflösung durch ein reines Tuch in irdene Schüsseln laufen und an einem kühlen Orte krystallisiren. Die krystallisirte Säure trennt man von der Flüssigkeit durch ein leinenes Tuch, presst, trocknet sie auf mit Papier belegten Horden bei gelinder Wärme in der Trockenkammer und bewahrt sie in verkorkten weitmündigen Flaschen auf. Die nach dem Abscheiden der Säure hinterbliebene Flüssigkeit wird in einer irdenen Schüssel nach und nach im Sandbade zur Trockne gebracht und mit dem Rückstande wie unter 1) angegeben verfahren. Zur Zersetzung des erhaltenen benzoësauren Kalks waren $12\frac{3}{4}$ Pfund reine Salzsäure von obiger Dichtigkeit erforderlich, und es wurden $7\frac{1}{2}$ Pfund Benzoësäure erhalten.

Die auf vorstehende Weise bereitete Benzoësäure erscheint in weissen, atlasglänzenden, etwas biegsamen Nadeln, riecht schwach vanilleartig, schmeckt mehr bitterlich als sauer, hintennach etwas kratzend und brennend. Im Platinlöffel erhitzt, schmilzt sie ausserordentlich leicht, fliesst wie Oel, krystallisirt dann wieder beim Erkalten und sublimirt bei stärkerer Erhitzung in Dämpfen, welche ein Prickeln im Schlunde bewirken und stark zum Husten reizen, vollständig; verbleibt ein Rückstand, so dürfte derselbe in einer Verunreinigung durch Gyps oder in einer Verfälschung durch Borsäure bestehen. Die Benzoësäure löst sich in 200 Th. kaltem und 20 Th. siedendem Wasser, leichter in kaltem und in weniger als gleichen Theilen kochendem Alkohol, auch etwas in Aether auf; die Auflösungen röthen das Lackmuspapier. Sie ist zu prüfen

Digitized by Google

setzen in die Kapelle eine 1 bis 1¼" hohe Sandunterlage. Nachdem die Retorten in die Kapellen eingelegt worden sind, schiebt man die geräumigen Vorlagen an, steckt zwischen die Hälse beider eine kurze, $\frac{3}{32}$ bis $\frac{1}{8}$" weite Glasröhre, um der atmospärischen Luft und den während der Destillation sich entwickelnden Gasen den Ausweg zu gestatten, verklebt mit Mehlkleister und Papier, umschüttet die Retorten so hoch als möglich mit Sand und gibt gelindes Feuer. Wenn Alles gehörig durchwärmt worden ist, wird dasselbe so weit verstärkt, dass der Bernstein zu schmelzen anfängt, worauf er bald in ein gelbes Oel und wässerige Flüssigkeit übergeht; sobald das erstere dunkler von Farbe und dickflüssiger sich zeigt, schneidet man das Lutum durch, setzt die Vorlage auf einen Strohkranz bei Seite, zieht die im Retortenhalse angesetzte krystallinische Masse mittelst eines hölzernen Löffels, wie bei dem Artikel »Benzoësäure« beschrieben, in eine gläserne oder irdene Schaale, schiebt eine leere (für diesen Zweck schon benutzte) Vorlage an, steckt das Glasröhrchen wiederum zwischen die Hälse der beiden Gefässe, verklebt mit Mehlkleister und Papier, und unterhält das vorhin verstärkte Feuer, bis die Säure im Retortenhalse sich sehr anhäuft. Hierauf wird die Vorlage wieder abgenommen, die Säure herausgezogen, und gibt man sie zu der in der irdenen Schüssel befindlichen. Nachdem die Vorlage, ohne sie mit Papier zu verkleben — was jetzt unnöthig — wieder angeschoben ist, feuert man so lange, bis der Retorteninhalt nicht mehr aufschäumt, sondern ruhig wie ein dickes Oel fliesst. Nach dem Erkalten werden die Retorten zerschlagen, deren Hälse durch Auskratzen mit dem Löffel von der anhängenden Säure befreit, dieselben aufgehoben, um sie später mit Wasser auszuwaschen und so die letzten Säureantheile noch zu gewinnen; die Retorteninhalte (Bernstein-Colophonium; Colophonium succini) werden in Stücke zerschlagen und für eine weitere Benutzung in Fässern aufgehoben.

Die sublimirte Säure, zum grössten Theil eine krystallinische mit Oel imprägnirte Masse bildend, wird aufgebrochen, zwischen Papier oder dickem Filz ausgebreitet und gepresst, wenn auf diese Weise die grösste Menge Oel von einem der beiden aufgesogen ist, zerreibt man dieselbe in einem Mörser von Serpentinstein, presst nochmals zwischen Papier und wiederholt dies, bis das Papier nach dem Pressen kaum noch Oeltheile aufgenom-

Digitized by Google

und 166 Pf. gewaschenes rohes Oel; zur Heitzung gebrauchte man 8000 Pf. Braunkohle und $\frac{1}{8}$ Klafter Kiefernholz.

Von 108 Pf. gestossenem Bernstein (sogenannter Firniss, à Pfund $4\frac{4}{5}$ gGr. frei in die Fabrik geliefert) und 5 Pf. Schwefelsäure von 60° B., in 6 Retorten destillirt, erhielt man $5\frac{7}{8}$ Pf. gepresste sublimirte Säure, bei Verbrauch von 2 Malter (= 128 Kubikfuss) Buchenscheitholz.

Von 108 Pf. Bernsteinrasur (à $3\frac{5}{12}$ gGr. frei in die Fabrik geliefert) und 5 Pf. Schwefelsäure zu 60° B., in 6 Retorten destillirt, wurden bei einem Heitzaufwande von 128 Kubikfuss Buchenscheitholz $4\frac{5}{16}$ Pf. gepresster sublimirter Säure erhalten u. s. f.

2) Gereinigte oder krystallisirte Bernsteinsäure (Acidum succinicum depuratum s. crystallisatum).

Man bringt etwa 13 bis 14 Quart destillirtes Wasser im silbernen Kessel zum Sieden, löst 4 Pf. gepresste sublimirte Bernsteinsäure unter Umrühren mit einem silbernen oder hölzernen Spatel darin auf, setzt der Auflösung 1 Pf. gereinigte, frisch ausgeglühte Thierkohle hinzu, lässt einigemal damit aufkochen, filtrirt durch über ein weisses wollenes Tuch gelegtes Filtrirpapier in eine irdene Schüssel, dampft die Auflösung im Sandbade bis zum Erscheinen einer starken Haut ein und setzt sie zum Krystallisiren an einen kühlen Ort. Die auf dem Filter verbliebene Kohle wird mit 3 bis 4 Quart destillirtem Wasser im Kessel aufgekocht, der Kesselinhalt zurück auf das Filter gegeben und mit Wasser vollkommen ausgelaugt. Die in der irdenen Schüssel angeschossenen Krystalle sammelt man auf einem gläsernen Trichter, dampft die Mutterlauge unter Zusatz der Waschwasser im Sandbade wiederum so weit ein, wie vorhin angegeben, und fährt so fort, bis die letzte Krystallisation zu gelb gefärbt ausfällt; diese, sowie die letzte Mutterlauge bringt man zur Trockne, zerreibt die trockne Masse und mengt sie der sublimirten Säure unter. Von 4 Pf. sublimirter wurden $3\frac{3}{4}$ Pf. gereinigte Säure erhalten.

3) Chemisch reine Bernsteinsäure (Acidum succinicum purum).

Zwei Pfund gepresste sublimirte Säure übergiesst man in einer porcellanenen Schaale mit 1 Pf. reiner Salpetersäure von 25° B.

Digitized by Google

erscheint in vollkommen weissen Säulen und Prismen, ist geruchlos, luftbeständig, schmeckt scharf, erwärmend, kaum sauer, und löst sich in 25 Th kaltem und 2 Th. kochendem Wasser, in 3 Th. kaltem und $1\frac{1}{2}$ Th. heissem Alkohol von 80 Proc. auf. Die Auflösungen reagiren sauer. Die Bernsteinsäure schmilzt in der Hitze, verflüchtigt sich in weissen, Husten erregenden Dämpfen vollständig und unzersetzt; die rohe hinterläst dabei Spuren von Kohle, welche von dem brenzlichen Oele herrührt. Die Säure ist zu prüfen auf anhängende Schwefelsäure und Salpetersäure, und auf nachstehende Substanzen, mit denen sie verfälscht vorgekommen sein soll, als mit Weinstein, Weinsteinsäure, Sauerkleesalz, Oxalsäure, Citronensäure, Boraxsäure, schwefelsaurem Kali, bernsteinsaurem Ammoniak, Salmiak, Rohzucker, Salpeter, Kochsalz u. s. w.

Rectificirtes Bernsteinöl.

(Oleum succini rectificatum; Huile volatile de succin rectifiée; Rectified oil of amber.)

Das rohe Bernsteinöl, von dunkelbrauner, ins Grünliche ziehender Farbe und starkem unangenehmem Geruch, enthält ein flüchtiges und ein minder flüchtiges Oel, Brandharz und Brandsäuren. Um das flüchtige Oel abzuscheiden, wird eine grosse gläserne Retorte zur Hälfte mit dem gewaschenen rohen Oel gefüllt, in eine Sandkapelle eingelegt, eine gläserne unlutirte Vorlage angeschoben und zuerst sehr gelinde nach und nach um ein wenig stärker gefeuert. Die ersten Portionen, welche übergehen, sind vollkommen farblos, die darauf folgenden schwach gelblich gefärbt und wenn die Tropfen anfangen schwerer zu fallen, entfernt man das Feuer und lässt das Ganze bis zum nächsten Tage stehen. Nachdem alsdann die Vorlage abgenommen, hebt man die Retorte aus der Kapelle und giesst ihren noch warmen, theerartigen Inhalt, wenn man Gebrauch dafür hat, in alte Steintöpfe oder sonstige alte Geschirre oder, im anderen Falle, als werthlos ort. Um nun das in der Vorlage enthaltene Oel noch mehr zu reinigen, schüttet man durch einen Cylinder von dickem Papier oder dünner Pappe $\frac{1}{8}$ bis 1 Procent, vom Gewicht des Oels, nicht

Digitized by Google

zu fein gepulverter Holzkohle in eine reine Retorte, giesst das Oel durch eiee lange gläserne Trichterröhre nach, schwenkt langsam und vorsichtig um, legt die Retorte ins Sandbad, schiebt eine Vorlage an, lutirt mit Blase, in welche 2 bis 3 Nadelstiche gemacht werden, und destillirt bei mässigem Feuer so lange, als das Oel fast noch ungefärbt übergeht. Sobald die Tropfen sich zu färben anfangen, wird die Vorlage abgenommen, eine andere angeschoben, und unterhält man die Destillation bei etwas verstärktem Feuer bis fast zur Trockne. Die erste Abnahme wird in einer Flasche mit destillirtem Wasser einigemal umgeschüttelt, dann in einem Trichter wieder von demselben geschieden und in Flaschen mit Glasstöpseln versehen aufbewahrt. Das zweite leichtbis dunkelgelb- gefärbte Destillat wird als eine ordinaire Sorte rectificirten Bernsteinöls verkauft; hat man dafür keinen Absatz, dann erhält man daraus, durch wiederholte Rectification über Kohle oder mit Wasser, eine nicht unansehnliche Menge leichtes, farbloses oder kaum gefärbtes Oel. Hat man das gereinigte Bernsteinöl in grösseren Mengen zu bereiten, dann thut man besser, die Rectification des rohen Oels in einer eisernen Blase vorzunehmen und das hier gewonnene Destillat nachher erst in Glasretorten weiter zu reinigen.

Das reine rectificirte Bernsteinöl ist farblos, hat einen starken, eigenthümlichen, unangenehmen Geruch und einen heissen, scharfen Geschmack, besitzt ein sp. G. von 0,78 bis 0,80 und nimmt an der Luft nach und nach eine dunkle Farbe und dicklige Consistenz an. Es löst sich in Alkohol und besitzt die Eigenschaft, mit 3 Th. rauchender Salpetersäure langsam vermischt, unter Erhitzen und Aufblähen ein pomeranzenfarbenes zähes Harz zu bilden, welches moschusartig riecht und früher unter dem Namen künstlicher Moschus, balsamisches Bernsteinharz (Moschus artificialis, Resina succini balsamica) in Apotheken in Gebrauch war.

Das Bernsteincolophonium (Colophonium succini) bildet eine braunschwarze Harzmasse, welche flachmuschelig im Bruch, fettglänzend, geruchlos und zerreiblich ist; dasselbe ist in Alkohol fast ganz unlöslich, in Aether unvollständig, am besten in fetten und ätherischen Oelen auflöslich, und dient zur Bereitung dunkler Firnisse für Leder u. s. w.

Digitized by Google

Um schwarzen Bernsteinfirniss (Vernix succini, Atramentum succini; Vernis noir de succin; Black amber-varnish) zu bereiten, erwärmt man 50 Pf. Terpenthinöl schwach in einem kupfernen Kessel und löst 15 Pf. feingepulvertes Bernsteincolophonium portionenweise unter beständigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel darin auf. Sobald Alles aufgelöst ist, schöpft man die Auflösung in ein Fass, welches 8 bis 10 Eimer (96 bis 120 Quart) Wasser fasst, dicht über dem Boden einen Hahn zum Abzapfen hat und auf einer $1\frac{1}{2}$ bis 2′ hohen Unterlage steht, bedeckt dasselbe mit einem Deckel, löst in dem Kessel in einer gleichen Menge Terpenthinöl die oben angegebene Quantität gepulvertes Bernsteincolophonium auf und bringt die Auflösung ebenfalls in das Fass, worauf man dasselbe mit Wasser füllt, gut umrührt und, mit dem Deckel wohl verschlossen, einige Tage ruhig stehen lässt; die Behandlung mit Wasser geschieht, um möglicherweise anhängende Schwefelsäure zu entfernen. Nach dieser Zeit wird das Wasser in einem dünnen Strahle langsam durch den Hahn abgelassen, wodurch zugleich schwere Unreinigkeiten mit entfernt werden. Hierauf werden der Auflösung $7\frac{1}{2}$ Pf. Leinölfirniss hinzugesetzt, und nachdem Alles gut gemischt ist, wird der fertige Bernsteinfirniss in irdene Schraubflaschen gefüllt oder, bei grösseren Mengen, in dichte Fässer aus Weiss-Eichenholz gerfertigt; man erhält zwischen 134 bis 136 Pf. Firniss.

Jalapenharz.

$C_{62}\ H_{50}\ O_{32}$.

(Resina jalapae, Magisterium jalapae; Résine de jalap; Resin of jalap.)

Zur Gewinnung des Jalapenharzes werden verschiedene Arten von Jalapenwurzeln verarbeitet; das meiste Harz liefern unbedingt diejenigen Wurzeln, welche in mehr oder weniger runden, $\frac{1}{4}$ bis $\frac{1}{2}$″ dicken Scheiben, oder der Länge nach in 2 bis 4 Stücke ge-

auch ungetheilt in birnförmiger Gestalt im Handel vorkommen. Aeusserlich ist die Wurzel sehr runzlig und schwärzlichbraun, inwendig gelblichgrau und mit schwarzen Adern oder Strichen durchzogen. Eine gute Wurzel ist schwer, zähe und in der Hand nur mit Mühe oder gar nicht zu zerbrechen; unter dem Hammer aber und im Mörser zerspringt sie leicht in fettglänzende Stückchen und zeigt auf dem Bruche glänzende Punkte, je mehr solcher Punkte, desto besser ist die Wurzel; am Lichte lässt sie sich leicht entzünden und brennt mit Flamme.

100 Pf. gröblich zerstossener Jalapenwurzeln übergiesse man in einer kupfernen Destillirblase mit 110 Quart 75procentigem Weingeist, setze den Helm auf, verklebe die Fugen mit Mehlpaste und Papierstreifen, lege eine Vorlage an das Kühlrohr und digerire bei mässig starkem Feuer, so dass 6 bis 8 Quart des Weingeistes überdestilliren, 24 Stunden hindurch. Nach einigen Tagen, d. i. nach dem vollständigen Erkalten der Blase, gibt man die ausgezogenen Wurzeln sammt der Flüssigkeit auf einen grossen Spitzbeutel, wäscht mit dem überdestillirten Spiritus die Blase nach, spühlt mit ihm die auf dem Beutel befindlichen Wurzeln ab, rüttelt an diesem, damit die den Wurzeln anhängende Flüssigkeit möglichst schnell abfliesse, und giesst die Tinctur einstweilen in gläserne Säureballons. Die Wurzeln werden darauf in die Blase zurück oder in einen zur Hand stehenden kupfernen Kessel gegeben, mit Weingeist von 75 Procent übergossen, so dass sie eben damit bedeckt sind, mit einem Spatel durchgerührt und dann wieder auf den Beutel gegeben. Man giesst nun so lange Weingeist in kleinen Mengen nach, bis derselbe beinahe farblos vom Beutel abfliesst und auf Zusatz von Wasser keine Trübung mehr hervorgebracht wird, gibt auch diese zweite Tinctur in einen Ballon und presst den Beutelrückstand in einer Schraubenpresse aus, um von demselben soviel als möglich alle geistige Flüssigkeit zu erhalten; die ausgelaugten Wurzeln werden fortgeworfen. Sämmtliche Auszüge gibt man in die gereinigte Blase zurück, setzt etwa 18 Quart Wasser hinzu, destillirt den Weingeist vollständig ab, lüftet den Helm und lässt den Blaseninhalt bis zum nächsten Tage unangerührt stehen. Hierauf giesst man die über dem erstarrten Harze stehende braune Flüssigkeit fort, bringt dasselbe in einen kupfernen Kessel, wäscht es so lange mit heissem

Digitized by Google

Wasser aus, bis dieses nicht mehr gefärbt wird, verdunstet es unter fortwährendem Umrühren mit einem hölzernen Spatel so weit, bis eine herausgenommene Probe nach dem Erkalten sich brüchig zeigt, nimmt einen Klumpen davon zwischen beide Hände, malaxirt es wie Pflaster (man zieht das Harz), um ihm hellere Farbe und glänzenderes Ansehen im Bruch zu geben, und rollt es in lange Stangen aus, die man wie Flechten über einander schlägt. Von 100 Pf. Wurzeln wurden $11\frac{3}{4}$ bis $14\frac{1}{4}$ Pf., im Mittel aus mehreren Operationen $13\frac{1}{4}$ Pf. Harz gewonnen. Den von der Jalapentinctur durch Destillation wieder erhaltenen Weingeist bewahrt man in gut verschlossenen Ballons zu neuen Ansätzen auf oder verwendet ihn für andere Zwecke.

Es wurde einmal von der Fabrik eine Partie Jalapenwurzeln von circa 900 bis 1000 Pf. sehr billig angekauft. Als mir dieselben zur Verarbeitung auf Harz überwiesen wurden, war ich erstaunt über diese Waare, da sie nicht im Entferntesten irgend eine Aehnlichkeit hatte mit den mir bisher zu Gesicht gekommenen Jalapenwurzel-Arten. Sie war länglichrund — nicht birnförmig — $2\frac{1}{2}$ bis 6″ lang, die kleineren ganz, $\frac{3}{4}$ bis 1″ dick, die grösseren der Länge nach gespalten, äusserlich von graubrauner, inwendig von rothbrauner Farbe, mittelschwer, zähe. Ehe man das gewöhnliche Quantum (100 Pf.) in Arbeit nahm, wurden zwei Versuche mit je 5 Pf. damit angestellt, um zu erfahren, ob die Wurzel wirkliches Jalapenharz, und in welcher Menge, enthalte. Die ersten 5 Pf. zog man, gepulvert, auf die gewöhnliche Weise — in einer Glasretorte — mit Alkohol von 75 Proc. aus, unterwarf die Tincturen der Destillation, wusch das Harz mit Wasser aus und rauchte ab; man erhielt $4\frac{1}{2}$ Unze ausgerolltes Harz, d. i. nur $5\frac{5}{8}$ Proc. — Die anderen 5 Pf. wurden, gröblich gepulvert, in einem hölzernen Gefässe mit Wasser übergossen, welches man am nächsten Tage als eine schmutzige, fast blutroth gefärbte Flüssigkeit abgoss, und behandelte die Wurzeln so oft mit kaltem Wasser, bis dasselbe nur wenig noch sich färbte. Sie wurden darauf getrocknet, mit 75procentigem Weingeist digerirt und mit der erhaltenen Tinctur ebenso verfahren, wie im ersten Versuche. Man erhielt $4\frac{1}{8}$ Unze, d. i. $5\frac{1}{8}$ Proc. Harz. Der aus beiden Versuchen gewonnene Artikel verhielt sich physisch wie chemisch als ein reines Jalapenharz, und wiewohl die Ausbeute eine sehr geringe war, so mussten die Wurzeln, einmal angekauft, auch verarbeitet werden.

Baumöl, unter beständigem Umrühren mit einem reinen hölzernen Spatel hinzu und lässt so lange gelinde sieden, bis die Masse einen zähen Brei bildet, von dem herausgezogenen Spatel in langen Fäden abfliesst und eine herausgenommene Probe auf der Zunge kein alkalisches Prickeln mehr hervorbringt. Sodann schlägt man den Brei in eine nur für diese Gattung von Seife zu benutzende Form, welche mit dickem weissem Papier ausgeklebt ist, verschliesst dieselbe mit einem gut passenden Deckel und lässt sie einige Tage ruhig stehen. Nach dieser Zeit nimmt man die Form (sie besteht aus dem gefalzten Boden, in dessen Falze die vier Seitenwände eingesetzt und welche letztere durch hölzerne Zwingen zusammengehalten werden) auseinander, schneidet die fertige Seife mittelst eines messingenen Drahtes in gleich lange, 2″ breite und 1 bis 1½″ hohe oder dicke Stücke (Riegel), trocknet sie, im Sommer an einem luftigen, schattigen Platze, im Winter in einem mässig warmen Zimmer aus und bewahrt sie an einem trocknen Orte auf. Man erhält von 100 Pf. Baumöl zwischen 128 bis 132 Pf., im Mittel 130 Pf. Seife.

Die medicinische Seife, welche ausser fettsaurem Natron und Wasser, auch noch das Glycerin (Oelsüss) des Baumöls enthält, ist eine weisse oder gelblichweisse, feste, homogene Masse, welche sich schlüpfrig (aber nicht fettig) anfühlt, einen schwachen eigenthümlichen Geruch und einen unangenehmen, etwas scharfen, laugenartigen, aber durchaus nicht ätzenden Geschmack besitzt. Sie löst sich in Wasser und Weingeist leicht auf; die Lösungen reagiren alkalisch. An der Luft verändert sich die Seife nicht, in der Hitze schmilzt sie, in stärkerer zersetzt sie sich, verkohlt und hinterlässt kohlensaures Natron und Kohle; nimmt sie nach längerem Liegen in verschlossenen Gefässen einen ranzigen Geruch an, so war sie nicht genügend ausgetrocknet. Die medicinische Seife ist zu prüfen auf freies Oel, kohlensaures und ätzendes Natron.

2. Kokosnussölseife.

(Sapo ex oleo cocos; Savon de coco; Cocoa-nut-oil Soap.)

Man lässt in einem blanken eisernen Kessel 100 Pf. Kokosnussöl in der Wärme zergehen, fügt 50 Pf. Aetznatronlauge von

Digitized by Google

seifung sehr rasch von statten geht, setzt alsdann, unter beständigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, 11 Quart siedend heisses Wasser hinzu und schöpft die Masse rasch in die bereits zusammengesetzte Form. Den nächsten Tag, wenn nicht mehr warm, wird die Seife in dicke Riegel geschnitten und zum Trocknen aufgestapelt; sie wird leicht hart. Von 100 Pf. Kokosöl gewinnt man zwischen 168 bis 170 Pf. Seife.

Die Kokosnussölseife ist sehr weiss, durchscheinend, gibt mit Wasser sehr viel Schaum und besitzt einen unangenehmen Geruch, welcher kaum zu beseitigen ist; sie löst sich weniger in kaltem als in heissem Wasser auf und wird durch vieles Wasser zersetzt. Nach obiger Vorschrift bereitet, enthält sie noch das Glycerin des Kokosöls. Ranziges Kokosöl ist schwierig zu verseifen.

Ausser zur Anfertigung reiner Kokosnussölseife wird das Kokosöl von vielen Seifensiedern auch zur Gewichtsvermehrung und zu leichterem Erhärten der Talgseife hinzugesetzt. Eine solche Seife hat die Eigenschaft $\frac{1}{3}$ und mehr, ja 50 bis 60 Procent Wasser oder schwache Lauge in sich aufzunehmen, und dabei fest zu sein. Wenn eine reine Kokosnussölseife leicht an dem eigenthümlichen Geruche zu erkennen ist, so ist derselbe bei Vermischung mit einem andern Fett so versteckt, dass er nicht wahrgenommen werden kann. Um aber die Gegenwart von Kokosnussöl in einer verdächtigen Seife zu finden, löst man davon in kochendem Wasser auf und setzt einige Tropfen verdünnter Schwefelsäure hinzu, worauf der charakteristische Geruch des Kokosöls sogleich ganz deutlich hervortritt.

3. Talgseife.

(Sapo domesticus; Savon ordinaire; German soap, Common soap.)

a) Indirect mit Aetzkalilauge.

Zur Darstellung der Aetzkalilauge für diesen Zweck bedient man sich theils der Pottasche allein, theils wendet man mit dieser zugleich Holzasche, und auch wohl letztere allein

Digitized by Google

an; ich selbst benutzte nur Holzasche, w
angekauft, oder von den Ascheankäufern
vertauscht werden konnte.

Anfertigung der Aetzkalilaug
Alkali der Holzasche ätzend zu machen,
mittelst Absiebens durch ein grobes Drah
Kohlenstückchen befreit oder, besser, abg

65 Nordhäuser Scheffel (à 2040 Cu
werden auf einem horizontalen steinernen
Wasser oder schwacher Lauge besprengt
nen Rechens oder einer Hacke gut gemis
theile möglichst gleichförmig angefeuchtet
in einen Haufen zusammengezogen und d
gehöhlt wird. In diese Grube bringt m
frischgebrannten Kalk, begiesst ihn all
schwacher Lauge und, wenn derselbe in
ist, wird mittelst einer Hacke von allen S
hoch gezogen und der Kalk damit vol
anderthalb bis zwei Stunden wird der Ha
Schaufel durchgestochen, mit Hacke oder
das Gemenge in die Auslaugegefässe (A
Diese Gefässe sind aus 3 zölligen Bohl
aus Eisenblech) gefertigt, $5\frac{1}{2}$ bis $5\frac{3}{4}'$ hoc
$4\frac{3}{4}'$ im Lichten weit; die Stäbe werden
besser, durch eiserne Ketten zusammenge
jedes 6 bis 9″ über dem Boden, einen
forirten) Boden, welcher auf, an einigen
zernen Knaggen ruhet, und ausserdem
Hahn zum Ablassen der Lauge. Die
anderthalb bis zwei Fuss hoch über d
der Hahn eines jeden mündet über einer
zwei Drittel in die Erde versenkten u
Bottich oder, über einem Kessel von Gu
Kasten von dickem Eisenblech — in d
fensieder »Sumpf« genannt. — Ehe man
und Kalk in den Aeschertubben einträgt,
mit einer dünnen Lage langen Stroh's b
des Aschegemenges drückt man etwas fe

Digitized by Google

nicht trübe Masse. Jetzt ist die Kaliseif
gesalzen. Der geübte Seifensieder erken
Aussicht des Seifenleims, sowie an der
sie nämlich höchst unbedeutend alkalis
Personen ist, bevor sie zum Aussalzen s
Probe der Seife in einen irdenen Topf mi
hineinfallen zu lassen; fällt die Seife a
das Wasser klar, so ist sie zum Salzen
100 Pf. Talg 12 bis 16 Pf. Salz, schüttet
Seifenleim und rührt gut durch; ob die
zugekommen, erkennt man daran, dass s
siedenden Masse in Weiss verwandelt.
der beim Leimsieden vorhanden gewese
und das Wasser und sämmtliche Salze t
(sie scheidet sich). Hierauf nimmt ma
Kessel weg und schlägt die Seife, mittels
Kelle (Schaupe), sammt der Lauge in
Kessel stehenden Kühlbottich, um sie
trennen; die letztere enthält sehr weni
Natron), viel Chlorkalium, etwas Kochsalz,
und — Glycerin. (Man kann die Unterl
dass man sie in eisernen Pfannen durch
bringt, die trockne Masse in einem Fla
um organische Substanzen zu zerstören,
Alaunwerke als »Seifensiederfluss«
Talg zum Sieden verarbeitet, welcher n
theile enthält, so wird die Seife durch
angebrachtes und mittelst Rollen hin un
förmig gestricktes, grosses Seihetuch ge
keiten zurückzuhalten. Nachdem die
lang gestanden hat und der Kessel gere
man sie in denselben zurück, setzt 6 bis
und 8 bis 10 Pf. Salz hinzu, lässt wie
die Seife von Neuem um, welches wechs
schwächerer Lauge, Salzen und Ausschl
mal wiederholt wird, bis die Seife gahr
nehmen einer Probe feste Beschaffenhei
weiss, nicht grauweiss erscheint und kla
Die Seifensieder nennen dies das Koche
d. i. mit eben so viel mal gewechselter

Digitized by Google

durch erzielt, dass man etwas sehr fein
mit mittelstarker Lauge zum dünnen Bre
der, bereits in der Form befindlichen noch f
und Herziehen des hölzernen Spatels, hinzu
morirung der Seife wird erhalten, we
zugleich, rohes Palmöl verseift; 10 Pf. I
oder, 15 bis 20 Pf. des ersteren für 100
weniger oder mehr gelbgefärbte Seife.

Man hat ein Verfahren, die Seife u
Gewicht zu vermehren, ohne äusserlic
guter Seife wahrnehmen zu können, und
tion das Füllen oder Schleifen de
darin, dass, sobald die Unterlauge aus d
man der fertigen Seife portionenweis s
Wasser) hinzusetzt, sie durch langsames
Spatels unterrührt und dann die Seife in

Um die Fabrikation der Seife im u
zu erhalten, hat man der Aeschertubben
Die schwächeren Laugen dienen, statt
der Asche, Löschen des Kalkes und zu
ansätze. Die ausgelaugte Asche (der Ae
für lehmigen Boden, auch wurde sie viel
oberharzer Hütten gerne angekauft un
Silber-Treiböfen benutzt; später wurde d
Zweck durch einen am Unterharze au
lich verdrängt.

b) Direct mit Aetznatronlau

(Sapo domesticus albus et flavus; Savon

Man bedienet sich zur Darstellung
Sodaseife sowohl des Talges und anderer
als auch unter gleichzeitiger Anwendung
tem Palmöl. Um das Palmöl zu bleich
flachen Pfannen von Eisenblech in dünn
an die Sonne gebracht, zum grössten
chaëlis dafür mitgetheilte Verfahren b

Digitized by Google

ist, zersetzen die Seifenfabrikanten nicht s
saure Salz, sondern verwenden das ge
(m. s. unter dem betreffenden Artikel) de
zur Produktion von Seife.

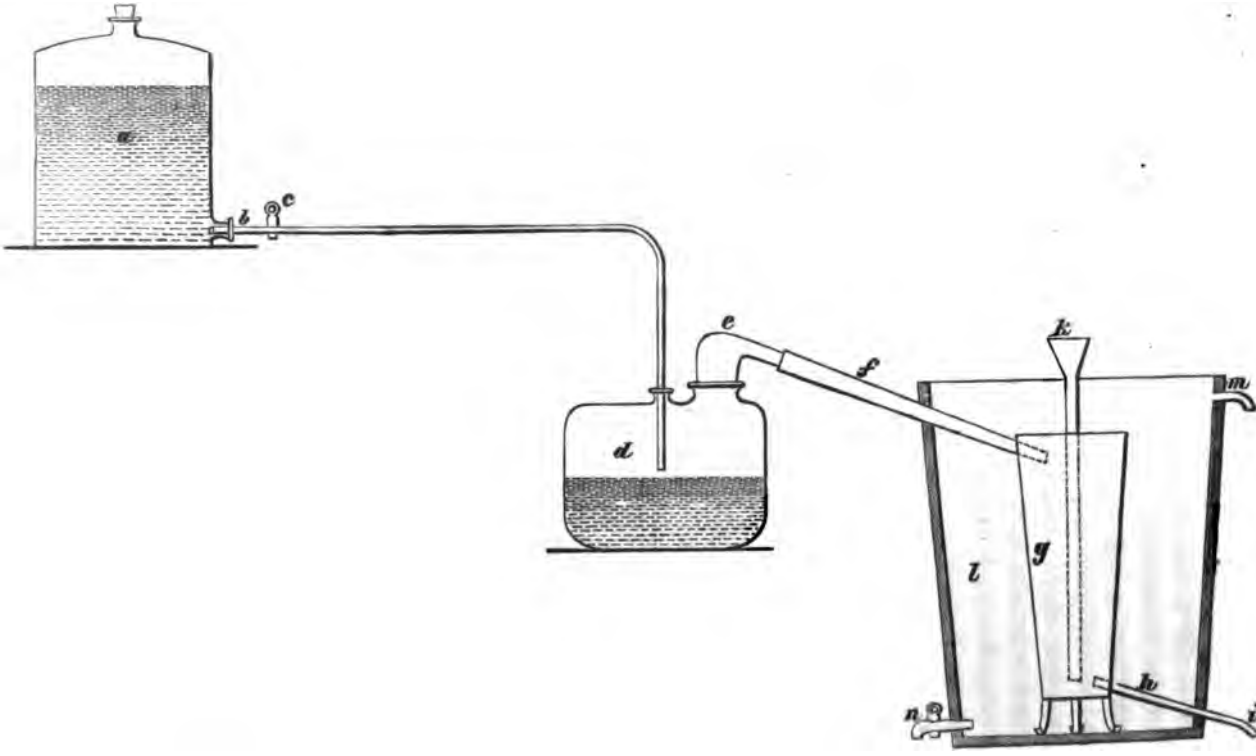
Man löst die caustische Soda in einer
in der Wärme, am besten durch Dampf, u
eines grossen eisernen Spatels, in möglich
bringt die Lauge, kalt gewogen, zu
25 ° B. und lässt die Unreinigkeiten (
u. s. w.) sich setzen; den nächsten Tag
Abziehen geklärt.

In den gusseisernen mit Sturz versel
man eine beliebige Menge, z. B. 500 Pf.,
gleich gebleichtes Palmöl verarbeiten,
ebenso viel von ersterem; beabsichtigt r
der zu erzeugenden Seife, dann wende
65 Pf. ungebleichtes Palmöl an, zie
Aetznatronlauge 480 Pf. klar ab, setze d
hinzu, gebe mässiges Feuer, welches n
schwachen Kochen verstärkt wird, und
langen hölzernen Spatel um. Man unte
so lange, bis die (bisher) gelblichbraun
leim) weiss wird, die nunmehr geschied
beim Herausziehen des Rührspatels nich
genden Fäden von demselben abfliesst, b
Probe dieselbe feste Beschaffenheit zeigt,
Lauge von sich lässt. Von jetzt ab wird
bis sich auf der Seife die oben erwähn
zähen Platten zeigen. Ist dieser Zeitpu
ein Pröbchen der Seife einen unbede
schmack, dann entfernt man das Feuer,
den Hahn ablaufen und die Seife etwas
sich zugleich zusammenzieht (dicht wir
Lade geschöpft.

In Amerika bedient man sich La
von den in Deutschland (meistens) gebrä
dabei zweckmässiger sind; man kann di
her oder niedriger machen, je nachdem

Digitized by Google

Fig. 93.



Vorstoss, d der Ballon oder Setzkolben, e eine gläserne Heberöhre, bei x mit einem eingeschmirgelten gläsernen Dreh- oder Schliesshahn versehen, f und h sind gläserne Verbindungsröhren, und g und i gläserne Flaschen; in g ist 90procentiger Alkohol und in i Wasser vorgeschlagen. Dem zinnernen Vorstoss und den Glasröhren in d und g dienen durchbohrte Spundkörbe als Anhaltepunkte, damit sie sich nicht verschieben können, sie werden mittelst einer Paste von steifem Mehlbrei mit etwas Gyps versetzt, verkittet und mit feuchter Blase verbunden; die letzte Flasche bleibt offen oder wird nur lose bedeckt. Nachdem die Fugen zwischen Blase, Helm und dem Kühlapparate ebenfalls mit Paste verdichtet, mit Mehlkleister bestrichenen Papierstreifen überklebt oder mit Blase verbunden und sämmtliche Luta gut angetrocknet sind, wird bei gelindem Kohlenfeuer rectificirt. Sobald beinahe die Hälfte des eingelegten rohen Aethers in den Ballon d übergegangen ist, wird das Destillat abgelassen und, sollte die Hälfte mehr betragen, als die Vorlage zu fassen vermag, so muss das schon früher geschehen. Der in g vorgeschlagene Alkohol dient zum Verschlucken von übergegangenem Aetherdunst und das mit Wasser zur Hälfte oder $\frac{3}{4}$ gefüllte Gefäss i ist eine Sperr- oder Sicherheitsflasche. Das Entleeren des Ballons d bewerkstelligt man auf folgende Weise. Zuerst wird das Stück Holz, auf welchem die Sperrflasche i steht, weggeschoben, die Flasche selbst niedergesetzt und dann etwas des Lutums, welches den kürzeren Schenkel der Röhre f im Halse des Ballons d umgibt, mit einem Messer entfernt; hierauf lüftet man die Flasche g in welcher beide Verbindungsröhren stecken bleiben, in die Höhe, wodurch zugleich der kurze Schenkel der Röhre f aus dem Korkspunde in d hervorgezogen wird, setzt ein in Bereitschaft habendes kurzes Stück Glasröhre, welches genau die Stärke der Röhre f besitzt, in das Loch ein, drückt etwas steifen Kitt rund um dieselbe herum fest an, öffnet den Hahn x an der Röhre e, und bläst in das in den Hals der Vorlage d gesetzte kurze Stück Rohr so viel Luft ein, dass der Aether gezwungen wird durch die Heberöhre abzufliessen; man fängt ihn, durch einen Trichter laufend, in untergesetzten, mit Glasstöpseln zu verschliessenden Flaschen oder in einem in Heu verpackten Ballon auf, den man alsdann mit einem gutschliessenden Kork versieht und mit Blase verbindet. Reicht der senkrechte Theil der Heberöhre bis auf

Digitized by Google

beschickten und mit Helm und Vorlage versehenen Kolben in eine andere Kapelle ein, feuert beide an und destillirt, bei mässigem Feuer und unter gelindem Kochen der Kolbeninhalte, bis zur Trockne. Das Destillat beider Einlagen wird zusammengegossen, und nachdem dasselbe durch Kalkhydrat entsäuert, wird es in einem Kolben über etwas gepulverten Braunstein rectificirt. Von 36 Pf. essigsaurem Kalk, ebensoviel 90 procentigem Alkohol und 24 Pf. Schwefelsäure von 1,845 spec. Gew. erhielt man 38 ½ Pf. Essigäther.

Wird absoluter Essigäther verlangt, dann wendet man ein Gemisch von 16 Th. wasserfreiem Bleizucker, 5 Th. Schwefelsäure von 66 ° B. und 4 ½ Th. absolutem Alkohol an, entsäuert das Destillat durch Kalkhydrat oder Kalilauge und rectificirt über geschmolzenes Chlorcalcium.

Der Essigäther bildet eine wasserhelle Flüssigkeit von eigenthümlichem, höchst angenehm-gewürzhaftem Geruch und Geschmack, besitzt ein spec. Gew. von 0,885 bis 0,89 bei + 15,5 ° C., verflüchtigt sich unzersetzt und darf dabei keinen Rückstand hinterlassen, brennt mit gelblicher Flamme, wobei Essigsäure zurückbleibt, löst sich in 7 Theilen Wasser, in jedem Verhältniss in Alkohol auf; derselbe ist zu untersuchen auf Blei, Kalk. Wasserfreier Essigäther hat ein spec. Gew. von 0,85; ist dasselbe geringer, so enthält er freien Aether.

Essigätherweingeist (Versüsste Essigsäure, Versüsster Essiggeist, Westendorf's vegetabilischer schmerzstillender Liquor; Spiritus acetico-aethereus, Acetum dulce, Acidum aceticum dulcificatum, Spiritus aceti dulcis, Liquor anodynus vegetabilis Westendorfii; Ether acétique alcoolisé; Spirit of acetic ether) wird durch Vermischen von 1 Th. Essigäther und 3 Th. Weingeist von 80 % erhalten; er besitzt ein spec. Gew. von 0,846.

Digitized by Google

Gewöhnlicher Essig.

$\overline{A} + xHO.$

(Acetum; Vinaigre; Vinegar.)

Man fertigte den Essig zum Selbstverbrauch auf zweifache Art an, in den ersteren Jahren aus Branntwein, Weinstein, Essig und Wasser, später nach der Wagenmann'schen (oder Schneefuss'schen) Methode.

A. In der Essigstube werden in Repositorien grosse Steintöpfe a aufgestellt, welche 2 bis $2\frac{1}{2}$″ über ihren Böden, ein jeder mit einem etwa 1″ langen und $\frac{3}{4}$ bis 1″ weiten Tubulus oder Zapfloche b versehen ist, das entweder mit einem Kork oder besser mit einem eingesetzten hölzernen Hahn verschlossen wird. In jeden Topf, welcher nur zu $\frac{3}{4}$ mit der Mischung angefüllt wird, bringt man $\frac{3}{4}$ Pf. gestossenen rohen Weinstein, $\frac{1}{2}$ Pfund Sauerteig, 5 Quart Branntwein, 5 Quart guten abgelagerten Essig und 30 Quart lauwarmes weiches Wasser. Der Sauerteig wird mit etwas des Wassers zum dünnen Brei angerieben und auf den im Topfe bereits befindlichen Weinstein gegeben; damit sich das Mischen des Sauerteiges mit dem Wasser nicht zu oft wiederhole, reibt man auf einmal für eine Reihe Töpfe an und vertheilt den Brei in dieselben mit dem Gemäss; für 10 Töpfe: 5 Pf. Sauerteig und 10 Quart des lauwarmen Wassers. Sodann wird zuerst das Wasser und dann der Branntwein unter Umrühren mit einem hölzernen Spatel hinzugesetzt, worauf man jeden Topf mit Gaze bedeckt, die über einem hölzernen Reif ausgespannt ist. Man hat in der Essigstube stets eine Temperatur von 24 bis 30° R. zu halten, und es ist weniger vortheilhaft, in der Stube selbst einen Ofen zu haben, als vielmehr die Wärme von Aussen her durch Röhren in derselben umherzuleiten. Wenn unausgesetzt, bei Tag und Nacht, auf eine gleichmässige Temperatur geachtet wird, ist der Process in 5 bis 6 Wochen vollendet, oft schon in 4 Wochen. Man zieht den fertigen Essig durch die Hähne klar ab, bringt ihn, wenn man nicht gezwungen ist, denselben gleich zu verarbeiten, auf im Keller liegende Lagerfässer und setzt, um

Fig. 95.

Digitized by Google

In ein jedes derselben ist ein Stück starker Bindfaden eingezogen, welcher das Loch nur lose ausfüllt, und um das Hindurchrutschen zu verhüten, oberhalb des Bodens in einen Knoten geschlagen ist. Die Bindfäden dienen zum langsamen Durchfliessen der Flüssigkeit. Hierbei tritt aber nur zu oft der Uebelstand ein, dass sich die Löcher durch Essigmutter verstopfen, weshalb man den Bindfaden fort liess und dieselben ein wenig grösser bohrte. In den Einlegeboden werden 4 grössere Löcher, von $1\frac{1}{2}$″ im Durchmesser, 18′, von einander gebohrt und in dieselben 3 bis 4″ lange Glasröhren luftdicht eingesetzt, so dass diese sowohl über als unter dem Boden hervorragen. Die Röhren dienen dazu, die durch die unteren 8 Zuglöcher eingedrungene Luft ausströmen zu lassen, mithin einen fortwährenden Luftstrom durch das Innere des Fasses zu bewirken. Das Fass wird mit einem hölzernen Deckel verschlossen, in dessen Mitte ein 2″ weites Luftloch eingeschnitten ist; ein Segment des Deckels ist zum Aufklappen eingerichtet, um die Flüssigkeit aufgiessen zu können. Da sich, wie oben erwähnt, die kleinen Löcher des Einlegebodens nach dem Entfernen des Bindfadens und selbst nach dem Weiterbohren derselben noch leicht verstopfen, liess man denselben ganz fort und bedeckte das Fass mit einem gutschliessenden Deckel, welcher ein 2 bis 3″ im Quadrat weites Loch hatte, durch welches die Luft austreten und das man mittelst eines Schiebers verengen konnte. Die erwärmte Mischung wurde dann nach Abnahme des Deckels über die obere Schicht Spähne — mehr gesprengt als — ausgegossen. Einen Zoll über dem Boden des Fasses wird ein Loch gebohrt, in welchem man den einen Schenkel eines Sförmig gebogenen Glasrohrs c befestigt; die obere Biegung des Rohrs befindet sich 1″ unter den 8 Luftlöchern, damit die sich ansammelnde saure Flüssigkeit nicht bis zu dieser Höhe steige und durch die Luftlöcher abfliesse. Durch diese Einrichtung des Abflussrohres wird zugleich bezweckt, dass nie die ganze Menge der angesammelten Flüssigkeit abfliessen kann, sondern dass eine etwa 9″ hohe Schicht derselben zurückgehalten wird, während das Uebrige in die untergesetzte hölzerne Kanne d abfliesst. Einige Zoll unterhalb dem Einlegeboden ist durch ein schräg gebohrtes Loch ein Thermometer in das Innere des Fasses eingesenkt, dessen Skale vom zwanzigsten Grade nach R. (= 25° C. oder 77° F.) aus demselben hervorstehen muss.

Digitized by Google

Sätze (A und B), verwendete zum Aufguss auf A ein erwärmtes Gemisch von 388 Quart Branntwein, 28 Pf. Zucker und 2400 Quart Wasser, und erhielt daraus 2,750 Quart Essig, von welchem 1 Unze 36 Gran reines kohlensaures Kali sättigte, nachdem man ihn auch durch B hatte laufen lassen.

Wiewohl eine jede Alkohol enthaltende Flüssigkeit zur Essigerzeugung in den Fässern verwendet werden kann, so benutzt man vorzugsweise doch verdünnten Weingeist und (sauer gewordenes) Bier, und fertigt zur Speisung der Essigbilder verschiedene Mischungen an, welche in genau bezeichneten Krügen oder in hölzernen Kannen für jedesmalige Verwendung abgemessen sind; die Krüge oder Kannen werden in dem Gährungslokale in Repositorien aufgestellt.

1. Starke Mischung, im Quart 45 Proc. Alkohol enthaltend, wird aus stärkerem Weingeist und saurem Bier statt Wasser gemischt, so dass letzteres wenigstens $\frac{1}{5}$ dem Volum nach beträgt, selbst bis $\frac{1}{3}$ steigt. 675 Quart Weingeist zu 60 Procent Tralles und 225 Quart Bier gaben 900 Quart Mischung zu 45 Procent Tralles.

2. Schwache Mischung wird aus der starken Mischung und Wasser in einem solchen Verhältniss gefertigt, dass 1 Quart 7 Procent Alkohol enthält, also für 100 Quart der ersteren 543 Quart Wasser. Man setzt dieser Mischung den schwachen Essig vom Ansäuren der Bilder hinzu und verwandelt den Säuregehalt desselben in Weingeistprocente; die Säuremenge, welche 5 Gran reines kohlensaures Kali sättigt, entspricht etwa 1 Proc. Alkohol.

3. Zuguss, d. i. verdünnter Branntwein von 32 Procent Tralles. Ehe die schwache Mischung, die wahre Speise der Essigbilder, aufgegeben werden kann, füttert man dieselbe vorher stündlich mit einem Gemisch von 10 Quart Ganzessig — von 45 bis 50 Gran Neutralisation per Unze — $1\frac{1}{2}$ Quart Branntwein von 32 Procent und 1 Quart Bier, und zwar auf die oben angegebene Weise, bis sich in ihnen etwa folgende Temperaturen zeigen: in A 27 bis 28°, in B 30 bis 31° und in C 81 bis 32° R. Sind diese Wärmegrade erreicht, dann speist man sie mit der schwachen Mischung, welche mehr Alkohol enthält, als die vorige. Man füttert in folgender Weise:

Digitized by Google

Fässer, den von B auf C, den von
und auf A gibt man 11 Quart fri
Mischung.

7 Uhr. Die abgelaufenen Flüss
Fässer zurück, von denen sie abgel

8 Uhr. Die von A abgelaufen
von B auf A (Kreuzgüsse) und di
auf C gegossen (Rückguss).

9 Uhr, wie um 6 Uhr. — 10
Uhr, wie um 6 Uhr.

12 Uhr. Die von B und C ab
den, umgewechselt, wieder aufg
wird aber 1 Quart Zuguss beigegeb
A Abgelaufene wieder zurück.

1 Uhr, wie um 6 Uhr. — Bis
um 1 Uhr. — 4 Uhr, wie um 7 un
3 Uhr. — 6 Uhr, wie um 8 Uhr. -
8 Uhr, wie um 12 Uhr. — 9 Uhr,
wie um 7 Uhr.

Man setzt die Arbeit in ähnlich
fort und lässt die Fässer von 4 bis
es für zweckmässiger erachtet wird,
sagt, am nächsten Morgen um 6 Uh
niedrigen Lufttemperatur durch de
Kammer gelinde warm und die Zuglö
halten.

Die Kreuzgüsse gibt man einen
weise auf, so dass die Kreuzung, w
mittags um 6 Uhr Nachmittags ges
Mittags und Abends 8 Uhr vollzoge
die Essigbilder in 17 Stunden mit 8
jedesmal 1 Quart Zuguss empfängt, un
güsse gemacht, wobei C jedesmal 1
verbraucht demnach täglich, bei je 1

Digitized by Google

bedeckt stehen. Alsdann wird die Flüssigkeit in grossen leinenen Spitzbeuteln durch etwas gröblich gepulverte gereinigte Thierkohle filtrirt, wenn wasserhell, in einen 10 bis 12 Eimer Wasser fassenden kupfernen Kessel nach und nach — zuletzt langsam — bis auf etwa 5 Eimer eingekocht, noch heiss filtrirt, in einem silbernen Kessel über freiem Feuer oder nach und nach in einer grossen porcellanenen oder irdenen Schüssel im Sandbade bis auf 9 bis 10 Quart verdunstet und zur Krystallisation an einen kühlen Ort gestellt. Nach 24stündigem Stehen sammelt man den asbestartig krystallisirten Anschuss auf einem leinenen Tuche, drückt und presst ihn nach dem Ablaufen der Mutterlauge, um alle anhängende Flüssigkeit so viel als möglich zu entfernen, und dampft dieselbe abermals zur Krystallisation ein. Man fährt mit dem Abdampfen und Krystallisiren der Mutterlauge, welche sich nach und nach dunkelgelb färbt, so lange fort, als das zuletzt krystallisirte Caffeïn noch nicht zu gelb gefärbt erscheint. Die allerletzte Mutterlauge verdunstet man bis zur Consistenz eines dicken Syrups, setzt dann Thierkohle hinzu, raucht zur Trockne ab und stellt die trockne Masse einstweilen bei Seite. Sämmtliches Caffeïn wird, nachdem es gepresst und bei gelinder Wärme getrocknet ist, in 18 bis 20 Th. siedendem destillirtem Wasser im silbernen Kessel oder in einer im Sandbade stehenden irdenen oder porcellanenen Schüssel aufgelöst, $\frac{1}{2}$ Stunde mit etwas gereinigter Thierkohle digerirt, die heisse Auflösung durch über ein ausgespanntes weisses leinenes Tuch gelegtes Papier filtrirt, die Kohle mit warmem Wasser ausgesüsst und die ungefärbte Flüssigkeit im gereinigten Silberkessel oder in einer porcellanenen oder irdenen Schaale im Sandbade so weit verdunstet, bis eine herausgenommene Probe nach dem Erkalten einen reichlichen Krystallanschuss liefert; ist dieser Zeitpunkt eingetreten, so wird die concentrirte Flüssigkeit an einen kühlen Ort gestellt. Nach 24stündigem Stehen sammelt man die ausgeschiedenen Krystalle auf einem reinen, weissen leinenen Tuche, dampft die Mutterlauge zur Krystallisation weiter ein, setzt in die Kälte und wiederholt beides so oft, als noch weisse Krystalle erhalten werden; fallen die letzten Anschüsse gelblich aus, dann löst man sie wieder in Wasser auf, behandelt mit Knochenkohle und verfährt mit der Solution wie vorhin. Die nun zurückbleibende geringe Menge Mutterlauge setzt man der

Digitized by Google

Von 300 Pfund Martinique-Caffee erhielt man im Mittel von mehreren Operationen $17\frac{1}{2}$ Unze vollkommen weisses Caffeïn, d. i. 28 Gran pr. Pfund oder etwa $\frac{3}{8}$ Proc.; zur Zersetzung des Caffeeinfusums wurden 25 Pfund Bleizucker und zur Fällung des in der klar abgelassenen und filtrirten Flüssigkeit noch aufgelösten Blei's der aus 9 Pf. Schwefelsäure von 66°, 9 Pfund Schwefeleisen und der nöthigen Menge Wasser entwickelte Schwefelwasserstoff verbraucht.

Von 50 Pf. Java-Caffee, ebenso behandelt, wurden $3\frac{3}{4}$ Unzen Caffeïn gewonnen, d. i. 36 Gran pr. Pfund, oder beinahe $\frac{1}{2}$ Proc.

Die ausgelaugten Bohnen werden als werthlos fortgeworfen. Man trocknete versuchshalber einige Pfunde davon, brannte sie in einer blechernen Trommel und digerirte $\frac{1}{4}$ Pfund der gemahlenen Bohnen $\frac{1}{2}$ Stunde mit so viel siedendem Wasser, dass eine Obertasse voll Infusum erhalten wurde; es war aber, da die rohen Bohnen durch das Auslaugen mit Wasser ihrer aromatischen Säure beraubt worden, nicht möglich, den Aufguss als »Caffee« zu erkennen, geschweige als solchen zu geniessen.

Das Caffeïn bildet weisse, seidenglänzende, biegsame lange Nadeln (ich habe dieselben oft $2\frac{1}{4}$ bis $2\frac{1}{2}$″ lang erhalten), welche in ihrem Aeusseren eine auffallende Aehnlichkeit haben mit den seidenartigen Haarkronen des Samens der Asclepias syriaca, ist geruchlos, schmeckt schwach bitter, etwas cacaoartig, enthält 8 Proc. Krystallwasser, welches es bei 120° C. verliert, schmilzt bei 177° zu einer farblosen Flüssigkeit und sublimirt bei 384° unzersetzt in weissen Nadeln. Es löst sich in 95 Th. kaltem Wasser von 15,5°, in 158 Th. Alkohol und in 298 Th. Aether auf; die Solutionen reagiren nicht alkalisch. Es löst sich in Salzsäure, Salpetersäure, Essigsäure auf, ohne dieselben zu neutralisiren, Gerbesäure schlägt dasselbe nieder. Das Caffeïn könnte möglicherweise durch Blei verunreinigt sein, wenn nicht aufmerksam bei der Darstellung desselben verfahren wurde.

Digitized by Google

welches Verhalten es sich wesentlich von Cinchonin und anderen Alkaloiden unterscheidet. Es ist zu prüfen auf Verunreinigung durch Cinchonin; bei Anwesenheit desselben löst es sich beim Schütteln mit Aether nicht vollständig auf; erfolgt beim Behandeln mit Weingeist oder verdünnter Schwefelsäure keine vollständige Auflösung, so ist es unrein. Die Substanzen, mit welchen das Chinin verfälscht vorgekommen, sind Gyps, phosphorsaurer Kalk, Kreide, Boraxsäure, Salicin, Stärkmehl, Zucker, Stearin.

Salzsaures Chinin.

$$2\,C_{20}\,H_{12}\,NO_2 + HCl + 3\,HO = 2\,\dot{C}h + HCl + 3\,HO.$$

(Hydrochlorsaures oder chlorwasserstoffsaures Chinin; Chininum muriaticum; Hydrochlorate de quinine; Muriate of quinia or qainine.)

Das salzsaure Chinin lässt sich sowohl durch Neutralisation einer sehr verdünnten reinen Salzsäure mittelst reinem Chinin und Abdampfen der Solution zur Krystallisation, als auch — und besser — auf dem Wege der doppelten Wahlverwandtschaft mittelst schwefelsaurem Chinin und Chlorbaryum darstellen.

8 Unzen krystallisirtes schwefelsaures Chinin werden mit 16½ Drachmen krystallisirtem salzsaurem Baryt in einer grossen porcellanenen Reibschaale oder Mörser innig zusammengerieben und nach und nach 5¼ Pf. destillirtes Wasser hinzugesetzt. Man digerire das Gemisch in einem Kolben einige Stunden hindurch bei gelinder Wärme, filtrire noch warm und stelle die Auflösung zum Krystallisiren an einen kühlen Ort. Nach 24stündigem Stehen werden die ausgeschiedenen Krystalle auf Papier gesammelt und in gelinder Wärme getrocknet; die Mutterlauge wird so oft verdunstet, als noch Salz sich ausscheidet; die geringe Menge der allerletzten Mutterlauge verdünnt man entweder mit viel Wasser und zersetzt die Auflösung durch ätzendes Natron für reines Chinin, oder man

Digitized by Google

gerothetes Lackmuspapier schwach blau färbt. Ein starkes Prädominiren des Kalkes schadet, weil letzterer das Chinin in geringer Menge auflöst; man erkennt den Zeitpunkt, wo man mit dem Zusetzen des Kalkes aufhören muss, am besten an der in diesem Augenblicke entstehenden Veränderung der Farbe der Flüssigkeit, welche dann schnell aus dem Röthlichen ins Graue übergeht. Man macht in der Regel vier solcher Ansätze, um die erhaltenen Niederschläge später in einer kupfernen Blase gemeinschaftlich mit Alkohol zu behandeln. Hat der in der Flüssigkeit entstehende Niederschlag sich gelagert, so wird erstere abgelassen und letzterer auf einen leinenen Spitzbeutel gegeben, mit zwei Eimer voll kaltem Wasser ausgesüsst, abgepresst und auf mit Papier belegten Horden in der Trockenkammer getrocknet. Die trockne Masse, aus Kalk, Chinin, Cinchonin, Chinagerbsäure bestehend, wird gestossen, durch ein grobes Haarsieb, mit einem Unter- und Oberboden versehen, um das Verstäuben zu verhüten, geschlagen, das Pulver in einer kupfernen Blase mit dem 10fachen Gewichte 80procentigen Weingeistes übergossen, ein Helm aufgesetzt, den man lutirt, eine Vorlage angeschoben, und das Ganze 24 Stunden lang bei sehr gelinder Wärme digerirt. Nach dem Erkalten wird der Blaseninhalt umgerührt und die trübe Flüssigkeit durch einen leinenen Spitzbeutel filtrirt; die klare Auflösung gibt man einstweilen in, in Körbe oder in hölzerne Kasten eingepackte, Säureballons, den Rückstand aber zurück in die Blase, übergiesst ihn mit eben so viel Weingeist als das erste Mal, setzt den Helm auf, legt die Vorlage an, digerirt wie vorhin und wiederholt das Ausziehen so oft, als auf eine abgepresste Probe des Rückstandes gegossener Alkohol noch einen bitteren Geschmack erkennen lässt. Hierauf gibt man sämmtliche klarfiltrirte Tincturen, mit etwas Wasser versetzt, in die vollkommen reingewaschene Blase, zieht den Weingeist bei mässigem Feuer ab, entfernt sodann sämmtliches Feuer, lässt die Heitzthür offen und nimmt den Helm ab. Sobald der Inhalt der Blase hinreichend sich abgekühlt hat, füllt man ihn in irdene Schüsseln, welche man, zum Absetzen der Flüssigkeit, bis zum nächsten Tage an einen kühlen Platz stellt. Das Chinin bleibt nebst etwas Cinchonin in der Flüssigkeit aufgelöst, während ein grosser Theil des letzteren krystallisirt auf dem Boden sich ausscheidet. — Ich habe in diesem krystallinischen Brei zum Oefteren schmutziggelbgefärbte Cinchoninkrystalle gefunden, die — jedenfalls schon zu

Digitized by Google

Chininsalz imprägnirte Kohle von der ersten Filtration mit der Flüssigkeit einmal aufgekocht und Letztere dann filtrirt wird. Man wiederholt das Verdunsten und Krystallisiren so lange, als Etwas der krystallisirten Masse nach dem Abpressen und Trocknen noch frei von Cinchoninsalz sich zeigt, was durch die dafür angestellte Probe mit Ammoniak und Aether leicht erkannt wird. Die übrigen cinchoninfreien Anschüsse werden wie der erste gepresst und getrocknet. Die rückständige Flüssigkeit, beiderlei schwefelsaure Salze, von dem einen mehr, vom anderen weniger enthaltend, vermischt man mit der rohen Chininsalz-Mutterlauge und den Waschwassern, fügt dem in der Porcellanschaale zur Seite gesetzten krystallinischen Cinchoninniederschlag hinzu, erhitzt, neutralisirt mit verdünnter Schwefelsäure, kocht langsam und so weit im silbernen Kessel ein, bis eine erkaltete Probe zu krystallisiren beginnt, worauf mit hinzugesetzter, gereinigter Thierkohle einigemal aufgekocht und die Flüssigkeit filtrirt wird. Man wäscht den Filterrückstand mit heissem Wasser aus, reinigt den Kessel, gibt die Auflösung sowohl, als das Waschwasser in denselben zurück, erwärmt, setzt unter langsamem Umrühren ätzende Natronlauge bis zur stark alkalischen Reaction hinzu, digerirt einige Stunden bei sehr gelinder Wärme, sammelt den Niederschlag auf einem reinen Tuche, presst und trocknet ihn. Dieses trockne, dem grössten Theile nach Cinchonin enthaltende, krystallinische Pulver wird, wenn man für reines Cinchonin oder für dessen Salze Absatz hat, in einer verschlossenen Flasche wiederholt mit Aether geschüttelt, so lange, bis der zuletzt damit geschüttelte nicht mehr bitterlich schmeckt. Die ätherischen Flüssigkeiten gibt man in eine Retorte, setzt etwas Wasser hinzu, destillirt den Aether ab und verwendet das als Rückstand verbliebene Chinin mit für sein schwefelsaures Salz. — Das durch Aether von Chinin befreite Cinchonin wird weiter gereinigt, wovon unten mehr. —

Das Pfund guter, unbedeckter Königs- oder gelber Chinarinde lieferte $2\frac{1}{2}$ bis $3\frac{3}{4}$ Quentchen reines schwefelsaures Chinin, im Mittel aus mehreren Operationen $2\frac{1}{4}$ Quentchen, d. i. etwa $1\frac{1}{8}$ Procent vom Gewicht der Chinarinde. — Versuche, die man mit anderen Chinasorten (Huanoco und Huamalies, in den Jahren 1828 und 1829), bei Gewichtsmengen von 15 Pf., anstellte, haben ge-

Digitized by Google

Essigsaures Chinin.

$2\,C_{20}\,H_{12}\,NO_2 + C_4\,H_3\,O_3 + 3\,HO$ oder $2\,\dot{Ch} + \bar{A} + 3\,HO$.

(Chininum aceticum; Acétate de quinine; Acetate of quinia or quinine.)

Man gebe 7 Pf. destillirtes Wasser in einen silbernen Kessel oder in einen grossen Kolben, und setze den ersteren auf ein schwaches Kohlenfeuer oder letzeren ins Sandbad; sobald das Wasser sich zu erwärmen anfängt, füge man demselben 1 Unze Essigsäure von 1,075 spec. Gew., unter beständigem Umrühren mit einem hölzernen Spatel, in kleinen, aber rasch aufeinander folgenden Mengen reines Chinin bis zur Sättigung hinzu. Hierauf wird zum Sieden erhitzt, und sollte sich die kochende Flüssigkeit nach 5 bis 7 Minuten noch nicht aufgehellt haben, sondern noch trübe sein, so setzt man noch einige Tropfen Essigsäure hinzu; sodann wird sie kochend heiss durch ein dichtes weiss leinenes Tuch in eine irdene Schüssel gegossen und an einen kühlen Ort gestellt. Nach 24 stündigem Stehen gibt man den krystallinischen Brei auf ein reines leinenes Tuch, dampft die rückständige Flüssigkeit in der irdenen Schüssel im Sandbade weiter zur Krystallisation ein, und fährt mit den Operationen des Abdampfens und Krystallisirens so lange fort, als noch weisses Salz erhalten wird und nur wenig Mutterlauge übrig bleibt, aus welcher man durch Aetznatron das Chinin niederschlägt, das man bei Bereitung von schwefelsaurem Chinin mit verwendet. Zur Neutralisation der angewendeten Unze Essigsäure wurden 24 $\frac{1}{4}$ Drachmen reines Chinin verbraucht und 4 $\frac{1}{6}$ Unzen krystallisirtes essigsaures Salz erhalten.

Man kann dasselbe auch aus schwefelsaurem Chinin und essigsaurem Baryt darstellen. In diesem Falle werden 8 Unzen schwefelsaures Chinin mit 19 $\frac{1}{5}$ Drachmen krystallisirtem essigsaurem Baryt in einer porcellanenen Reibschaale innig zusammen gerieben und nach und nach 7 Pfund destillirtes Wasser hinzugesetzt. Man digerirt das Gemisch in einem Kolben im Sandbade oder im silbernen Kessel für einige Stunden, filtrirt heiss, lässt krystallisiren und verfährt mit dem erhaltenen Salze und der Mutterlauge wie oben angegeben.

Digitized by Google

gossen und unter Umrühren mit so viel verdünnter Schwefelsäure nach und nach versetzt, bis die Flüssigkeit nicht trübe mehr erscheint und neutral reagirt. Hierauf wird dieselbe, mit etwas gereinigter Thierkohle versetzt, 5 bis 7 Minuten lang gekocht, heiss filtrirt und die Kohle mit Wasser ausgesüsst. Sämmtliche Flüssigkeiten gibt man, je nach der Menge derselben, in einen Zuckerhafen oder in einen Steintopf und setzt nach dem Erkalten — damit der Niederschlag möglichst voluminös ausfalle — unter langsamem Umrühren so lange von einer nicht zu starken Aetznatronlauge hinzu, bis keine Trübung mehr erfolgt und die Flüssigkeit deutlich alkalisch reagirt. Sodann wird der Niederschlag auf einem dichten leinenen Tuche gesammelt, mit kaltem Wasser ausgewaschen, das Tuch mit dem Niederschlage auf einer mit Papier belegten Horde ausgebreitet, mit Papier bedeckt und in gelinder Wärme getrocknet.

Das Cinchonin bildet ein weisses amorphes Pulver, aus seiner geistigen Solution krystallisirt es wasserfrei in farblosen, durchsichtigen, geschoben vierseitigen Säulen und Nadeln, ist geruchlos, besitzt einen anhaltend bitteren Geschmack. Es löst sich erst in 2500 Th. siedendem Wasser, in kaltem fast gar nicht, in 33 Th. starkem Weingeist (also weniger leicht als Chinin), nicht in Aether auf; die Auflösungen reagiren alkalisch. In verdünnten Säuren ist das Cinchonin leicht löslich und bildet mit ihnen Salze, welche leichter löslich sind, als die entsprechenden Chininsalze; es schmilzt bei 165° C. und verflüchtigt sich dabei zum Theil unverändert, das Geschmolzene gesteht beim Erkalten zu einer krystallinischen Masse; in höherer Temperatur erhitzt, verbrennt es, ohne Rückstand zu hinterlassen. Mit Aether geschüttelt, darf sich nichts davon auflösen und demselben keinen bitteren Geschmack ertheilen; im anderen Falle enthält es Chinin. Das Cinchonin ist auf die unter »schwefelsaurem Chinin« angegebenen Verfälschungen zu untersuchen.

Mit Schwefelsäure bildet das Cinchonin (Cinchoninum sulphuricum; Sulphate of cinchonia; Sulfate de quinine) ein neutrales und ein basisches Salz; das letztere, welches officinell, krystallisirt in wasserhellen, rectangulären Prismen, löst sich in 54 Theilen Wasser und in 11¼ Theilen absoluten Alkohols, nicht

Digitized by Google

Digitized by Google

Benzoëblumen 533
„ säure 533
„ salz 533
Benzoylsäure 533
Berlinerblau 360
„ reines 365
„ säure 56
Bernsteincolophonium 539
„ firniss 545
„ harz, balsamisches 544
„ öl, rectificirtes 543
„ „ rohes 540
„ säure, chemisch-reine 541
„ „ gereinigte 541
„ „ krystallisirte 541
„ „ sublimirte 538
Bittererde, reine 306
„ luftsaure 294
„ vitriolsaure 308
Bittersäure 58
Bittersalz 308
Blättererde 173
„ krystallisirte 257
Blausäure 56
Bleichkalk 285
„ pulver 285
Bleioxyd, ameisensaures 397
„ essigsaures 395
„ formylsaures 397
„ holzsaures 395
„ salpetersaures 394
Bleioxydhydrat 393
Bleisalpeter 394
Bleizucker 395
Blutlaugensalz 349
Borax 249
„ säure 111
„ weinstein 172
Borsäure 111
Boyle's rauchende Flüssigkeit 54
Brechweinstein 506
Bremerblau 424
„ grün 424
Brenzgallussäure 532
Brom 103
Bromkalium 136
Bromwasserstoffsäure 111

C.

Caffein 583
Calomel 443
Chinin, essigsaures 594
„ reines 587
„ salzsaures 588
„ schwefelsaures 589
Chinoidin 597
Chloräther, weingeistiger 575
Chlorammonium 36
„ baryum 264
„ calcium 279
„ gold 479
„ kalium 133, 135
„ kalk 285
„ natrium, gereinigtes 192
„ natron 247
„ strontium 274
„ wasser 93
„ „ stoffsäure 96
„ zinn, flüssiges 410
Chromgrün 512
„ oxyd 512
Cinchonin, reines 595
„ schwefelsaures 596
Cyaneisenkalium, gelbes 349
„ rothes 358
Cyaneisenmangan 340
„ zink 324
Cyankalium, geschmolzenes 140
„ quecksilber 451
„ wasserstoffsäure 56

D.

Digestivsalz 133
Doppelsalz 149

E.

Eisen, auflösliches 383
Eisenbeitze 380

Digitized by Google

Seite

K.

Kadmiumoxyd, schwefelsaures 335
Kali, ätzendes, flüssiges 121
„ „ geschmolzenes 123
„ „ reines 125
„ „ - trocknes 123
„ antimonsaures 505
Kaliätzstein 123
Kali, arsenigsaures 510
„ blausaures 349
„ „ geschmolzenes 140
„ chlorsaures 153
„ doppeltkohlensaures 145
„ eisenblausaures 349
„ essigsaures 173
Kalihydrat 123
Kali, hydrobromsaures 136
„ hydrochlorsaures 133
„ hydrojodsaures 137
„ jodsaures 162
„ kleesaures, neutrales 164
„ kohlensaures 142
„ „ reines 143
Kalilauge, ätzende 121
Kali, oxalsaures, neutrales 164
„ oxydirtsalzsaures 153
„ oxyjodsaures 162
„ salzsaures 138
Kalischwefelleber 127
Kali, schwefelblausaures 141
„ schwefelsaures 149
„ weinsteinsaures, neutrales 165
Kalium 115
„ eisencyanid 358
„ eisencyanür 349
Kalk, essigsaurer 292
„ kohlensaurer 288
„ oxydirtsalzsaurer 285
„ salzsaurer 279
„ schwefelsaurer 284
Kalkspiessglanzleber 494
Kalk, unterchlorigsaurer 285
Karthäuser-Pulver 491
Kieselerde, reine 112

Seite

Kieselfluorwasserstoffsäure 114
Kieselflusssäure 114
Kieselsäure, reine 112
Kleesäure 513
Knallsalpeter 49
„ salz 153
Knochensäure 89
„ spiritus 21
Kobaltoxyd 384
„ salpetersaures 389
Kobaltsuperoxyd 384
Kochsalz, gereinigtes 192
„ säure 96
Kohlenstickstoffsäure 58
Kupferbeitze 421
„ chlorid 419
Kupferoxyd 422
„ -Ammoniak, schwefels. 433
„ kohlensaures 423
„ salpetersaures 434
„ salzsaures 419
„ schwefelsaures 427
Kupferoxydul 421
Kupferrauch, weisser 329
„ salmiak 433
„ vitriol 427
„ wasser 373

L.

Lac-Dye-Composition 414
Laugensalz, flüchtiges 24
„ mineralisches 181

M.

Magnesia, gebrannte 306
„ calcinirte 306
„ essigsaure 312
„ kohlensaure 294
„ luftsaure 294
„ schwefelsaure 308
Magnesiumoxyd 306
Manganchlorür 337

Digitized by Google

Seite

Quecksilberoxydul 458
„ „ -Ammoniak, salpetersaures 461
„ „ essigsaures 464
„ „ jodsaures 465
„ „ phosphorsaures 467
„ „ salpetersaures 459
Quecksilberpanacee 443
„ salpeter 459
Quecksilbersublimat, ätzender 447
„ sulphid 439

R.

Radikalessig 527
Rochellesalz 168
Rosasäure 411
Rothbeitze 318
Rothsalz 258

S.

Salmiak 36
„ fixer 279
„ geheimer 21
„ geist 31
„ salz, flüchtiges 24
„ spiritus 31
Salpeter, flammender 49
Salpeteräetherweingeist 571
Salpetergeist, rauchender 8
„ saurer 1
„ versüsster 571
Salpetersäure 1
„ rauchende 8
„ reine 9
„ versüsste 571
Salz, englisches 308
„ Epsom- 308
„ mikrocosmisches 246
„ Saidschützer- 308
„ Seidlitzer- 308
Salzätherweingeist 575
Salzgeist, saurer 96
„ versüsster 575

Seite

Salzsäure, dephlogistisirte 93
„ gewöhnliche 96
„ oxydirte 93
„ reine 96
„ versüsste 575
Sauerkleesäure 513
Scharlachcomposition 411
Scheidewasser 1
Schwarzbeitze 380
Schwefel, niedergeschlagener 59
Schwefeläther 563
„ Weingeist 570
Schwefelalkohol 81
„ ammoniak, schwefelwasserstoffsaures 54
„ ammonium, flüssiges 52
„ antimon, rothbraunes 491
„ „ orangefarbenes 487
„ „ -Schwefelcalcium 494
Schwefelbaryum 262
„ Cyankalium 141
„ eisen 344
„ geist, flüchtiger 62
„ kalium 127
„ kohlenstoff 81
„ leber 127
„ „ flüchtige 54
„ milch 59
„ niederschlag 59
„ öl 61
„ quecksilber, rothes 439
„ säure, gewöhnliche 63
„ „ reine 77
„ „ versüsste 570
„ seife 127
„ strontium 273
„ zinn, Doppelt- 398
Schwefelwasserstoffammoniak 52
Schwefelwasserstoffwasser 80
Schweflige Säure 62
Schwererde, ätzende 267
„ essigsaure 272
„ salpetersaure 270
„ salzsaure 264
Seife, Gelbe Harztalg- 560

Digitized by Google

	Seite
Weinsteinsäure	516
„ salz	142
„ „ wesentliches	516
„ spiritus	144
Weisse Schminke	416
Welter's Bitter	58
Wismuthauflösung	419
„ niederschlag	416
„ oxyd, basisch salpeters.	416
Wismuthweiss	416
Wundersalz	194

Z.

	Seite
Zink, reines	319
Zinkblumen	325
„ butter	323
„ chlorid	323
„ eisencyanür	324
„ kalk	325
Zinkoxyd	325
„ eisenblausaures	324
„ essigsaures	334
Zinkoxyd, jodsaures	332
„ kohlensaures	328
„ salzsaures	323
„ schwefelsaures	329
Zinkvitriol	329
Zinnauflösung für Cochenille	411
„ salpetersalzsaure	411
„ schwefelsalzsaure	414
Zinnbutter	407
Zinnchlorid	407
Zinnchloridsolution	410
Zinnchlorür	400
Zinnober	459
„ grüner	512
Zinnoxyd, salzsaures	407
Zinnoxydul, salzsaures	400
„ schwefelsaures	413
„ schwefelsalzsaures	413
Zinnoxydulauflösung, salpetersaure	415
Zinnsalz	400
Zinnsalzsolution	406
Zinnsulfid	398
Zuckersäure	513

Digitized by Google

	Seite
Acidum muriaticum	96
„ „ oxygenatum	93
„ nitri dulcificatum	571
„ nitricum	1
„ „ fumans	8
„ „ purum	9
„ nitroxanthicum	58
„ ossium	89
„ oxalicum	513
„ oxymuriaticum	93
„ phosphoricum anhydricum	89
„ „ glaciale	89
„ „ purum	92
„ pyrogallicum	531
„ pyrotartaricum	144
„ sacchari	513
„ salis	96
„ „ dephlogistisatum	93
„ „ dulcificatum	575
„ septicum	1
„ silicicum	112
„ silicico-hydrofluoricum	114
„ stibicum	503
„ succinicum	538
„ „ purum	541
„ sulphuricum	63
„ „ pur.	77
„ sulphurosum	62
„ tartaricum	516
„ vitrioli	63
„ zooticum	56
Aether aceticus	573
„ „ alkoholatus	574
„ muriaticus alkoholatus	575
„ nitrosus alkoholatus	571
„ purus	563
„ sulphuricus	563
„ „ alkoholatus	570
Aethiops martialis	366
Album bismuthi	416
„ hispanicum	416
Alcohol absolutum s. pur.	561
„ sulphuris	81
Alcool absolu	561
Alcoholic potassa	125

	Seite
Alkali minerale	216
„ vegetabile	142
„ volatile	24
Alumina acetica	318
„ pura	314
„ sulphurica	316
Amer de Welter	58
Ammonia water	31
Ammoniaque liquide	31
Ammoniated copper	433
„ mercury	449
Ammonium aëratum	24
„ carbonicum	24
„ causticum	31
„ chloratum	36
„ muriaticum	36
„ „ ferratum	47
„ nitricum	49
„ oxalicum	50
„ phosphoricum	48
„ succinicum	51
„ sulphuratum liquidum	52
„ sulphuricum	21
„ tartaricum	51
Antimoine métallique pur	484
Antimonium diaphoreticum ablutum	503
„ „ non ablutum	503
„ purum	484
Aqua of ammonia	31
„ fortis	1
„ hydrosulphurata	80
„ oxymuriatica	93
Aquila alba	443
Arcanum duplicatum	149
„ tartari	173
Argent pur	468
„ vif pur	436
Argentum aceticum	474
„ nitricum	471
„ purum	468
„ sulphuricum	470
„ vitriolatum	471
Argilla acetica	318
„ pura	314
„ sulphurica	316

Digitized by Google

	Seite
Carbonate d'ammoniaque	24
„ of ammonia	24
„ de baryte	269
„ de chaux pur.	283
„ of copper	423
„ de cuivre	423
„ of lime, pure	283
„ of manganese, pure	341
„ of magnesia	294
„ of potassa	142
„ of soda	216
„ de soude	216
„ de zinc	328
Carbonium sulphuratum	81
Carbure de soufre	81
Carthusian powder	491
Caustic baryta	267
„ potash lye	121
„ potassa	121
„ soda	181
„ „ lye	182
„ strontia	275
Causticum antimoniale	496
„ commune acerrimum	123
„ lunare	472
Chalcanthum album	329
Chininum aceticum	594
„ muriaticum	588
„ purum	587
„ sulphuricum	589
Chinoidinum	597
Chlorate of potassa	153
Chlore liquide	93
Chloride of ammonium	36
„ of antimony	496
„ of barium	264
„ of calcium	279
„ of copper	419
„ of gold	479
„ „ „ and sodium	480
„ of iron	345
„ of lime	285
„ of manganese	337
„ of mercury	443, 447
„ of platinum	483
Chloride of potassium	133
„ of soda	247
„ of sodium	192
„ of strontium	274
„ of tin	400
„ of zinc	323
Chlorine water	93
Chlorum aquosum	93
Chlorure d'ammonium	36
„ d'antimoine liquide	496
„ de calcium	279
„ de chaux	285
„ de cuivre	419
„ d'étain	400
„ de fer	345
„ de mercure	443, 447
„ de mercure ammoniacal précipité	449
„ d'or	479
„ „ et de sodium	480
„ de platine	483
„ de sodium	192
„ de soude	247
Chromium oxydatum	512
Cinchonia, pure	595
„ sulphate	596
Cinchoninum purum	595
„ sulphuricum	596
Cineres clavellati dep.	142
Cinnabar	439
Cinnabaris	439
Cinabre	439
Cobaltum hyperoxydatum	384
„ oxydatum	384
„ „ nitricum	389
Coeruleum berolinense	360
„ bremense	424
„ parisiense	365
Coffeinum	583
Colcothar	372
Colophonium succini	539, 544
Copperas	373
Corrosive chloride of mercury	447
„ sublimate	447
Couperose blanc	329

Digitized by Google

	Seite
Flores benzoës	533
„ salis ammoniaci	36
„ zinci	325
Flowers of benzoin	533
„ of zinc	325
Foie d'antimoine	502
„ de soufre alcalin	127
Formiate de plomb	397
„ de soude	255
„ of lead	397
„ of soda	255

G.

Glass of antimony	499
Glauber's salt	194
Globuli martiales	383
„ tartari ferrati	383
Gold, pure	476
Golden sulphur	487
Golden sulphuret of antimony	487
Green vitriol	373
Gypse précipité	284
Gypsum purum	284

H.

Hartshorn oil	20
Hepar antimonii	502
„ sulphuris kalinum	127
„ „ salinum	127
„ „ volatile	54
„ „ vulgare	127
Hoffmann's Anodyne liquor	570
Huile animale empyreumatique	20
„ de corne de cerf	20
„ de succin	540
„ de tartre empyreumatique	144
„ de vitriol	63
„ volatile de succin rectifiée	543
Hydrargyrum ammoniato-muriaticum	449
„ bichloratum	447
„ „ ammoniatum	449
„ borussicum	451
Hydrargyrum chloratum	443
„ cyanatum	451
„ hydrocyanicum	451
„ muriaticum corrosivum	447
„ muriaticum mite	443
„ „ praecipitatum	449
„ oxydatum jodicum	467
„ „ nitricum liquidum	464
„ „ rubrum	455
„ „ subsulphuricum	458
„ „ sulphuric.	457
„ oxydulatum aceticum	464
„ „ jodicum	465
„ „ nigrum Hahnemanni	461
„ „ nigrum Saunderi	454
„ „ nitricum.	459
„ „ nitricum ammoniatum	461
„ „ phosphoric.	468
„ „ purum	453
„ purum	436
„ sulphuratum rubrum	439
„ zooticum	451
Hydrate of Ethylen	563
„ of potassa	121
„ of soda	181
Hydrated peroxide of iron	369
„ protoxide of lead	393
„ sesquioxide of iron	369
Hydric ether	563
Hydriodate of potassa	137
Hydrobrômate de pottasse	136
Hydrochlorate d'ammoanique	36
„ d'antimoine	496
„ de baryte	264
„ de chaux	279
„ de cuivre	419
„ d'étain	400
„ de fer	345
„ de manganese	337

Digitized by Google

Lait de soufre 59
Lana philosophica 325
Lapis causticus chirurgorum 123
„ „ kalinus 123
„ infernalis 472
„ „ alcalinus 123
Lessive caustique de potasse 121
„ „ de soude 182
Liquid ammonia 31
Liqueur fumante de Boyle 54
Liquor ammonii caustici 31
„ „ hydrosulphurati 52
„ „ pyro-oleosi 21
„ „ „ „ rectificatus 21
„ „ sulphurati 54
„ anodynus mineralis 570
„ „ vegetabilis 574
„ ferri acetici oxydati 381
„ fumans Boylii 54
„ kali caustici 121
„ natri caustici 182
„ pyro-tartaricus 144
„ stibii muriatici 491
Liver of antimony 502
„ of sulphur 127
Lixivium saponariorum 551
Lunar caustic 472

M.

Magistère de bismuth 416
„ de soufre 59
Magisterium bismuthi 416
„ jalapae 545
Magistery of bismuth 416
Magnesia acetica 312
„ aërata 294
„ alba 294
„ calcinata 306
„ carbonica 294
„ nitri 294
„ salis amari 294
„ sulphurica 308
„ usta 306
Magnesia vitriolata 308
Magnésie 306
„ calcinée légère 306
Manganum chloratum 337
„ cyanatum ferratum 340
„ ferro-borussicum 340
„ ferro-hydrocyanicum 340
„ oxydulatum carbonicum 341
„ „ muriaticum 337
„ „ sulphuricum 342
Manna metallorum 443
Marcasita alba hispanica 416
Mars solubilis 383
Materia perlata 503
Mercure métallique pur 436
Mercure soluble d'Hanemann 461
Mercurius acetatus 464
„ cinereus Moscati 453
„ dulcis 443
„ nitrosus 459
„ praecipitatus albus 449
„ „ cinereus Saunderi 454
„ „ flavus 458
„ „ ruber 455
„ „ niger Saunderi 454
„ solubilis Hahnemanni 461
„ sublimatus corrosivus 447
„ vivus depuratus 436
Mercury, pure 436
Microcosmic Salt 246
Mild chloride of mercury 443
Mild volatile alkali 24
Milk of sulphur 59
Miraculum chemicum 294
Mordant rouge 318
Mosaic gold 398
Moschus artificialis 544
Muriate of ammonia 36
„ of antimony 496
„ of baryta 264
„ of copper 419
„ of gold 479
„ of iron 345

Digitized by Google

	Seite
Oxide of copper, black	422
„ „ „ red	421
„ of ethyl	563
„ of gold	477
„ of iron, black	366
„ „ „ brown	369
„ „ „ red	372
„ of lead, hydrat	393
„ of nickel	390
„ of potassa, hydrat	123
„ of zinc	325
„ d'antimoine	497
„ de chrôme	512
„ de cuivre	422
„ de fer rouge	372
„ de fer rouge, hydraté	369
„ de fer noir	366
„ d'or	477
„ de plomb hydraté	393
„ de sodium hydraté	181
Oxymuriate of lime	285
„ of potassa	158
Oxysulphuret of antimony	491

P.

Panacea antimonialis	487
„ mercurialis	448
Panchymagogum minerale	448
Pearl powder	416
Peracetate of iron, liquid	381
Perchloride of copper	419
„ of iron	347
„ of tin	407
Perhydrochlorate of iron	347
Permuriate of copper	419
„ of iron	347
Perjodate of mercury	467
Pernitrate of iron, liquid	378
„ of mercury, liquid	464
Peroxide of copper	422
„ of iron	372
„ of mercury	455
„ de cuivre	422
„ de fer	374
Peroxide de fer hydraté	369
Perphosphate of iron	379
„ de fer	379
Persulfate de fer	376
Persulfure d'antimoine	487
Persulphat of iron	376
Phosphate d'ammoniaque	48
„ de fer	379
„ de soude	244
„ de soude et d'ammoniaque	246
„ of mercury	468
„ of peroxide of iron	379
Phosphorus	84
Pierre à cautère	123
„ infernale	472
Pink-salt	412
Platine noir	481
Platinum bichloratum	483
Platinum-black	481
„ muriaticum oxydatum	483
„ nigrum	481
Plumbum aceticum	395
„ formicicum	397
„ oxydatum hydraticum	393
„ nitricum	394
„ pyrolignosum	395
Pompholyx	325
Potasse caustique à l'alcool	125
„ „ à la chaux	121
„ „ liquide	121
„ „ ordinaire	121
„ „ du tartre	125
Potassium	115
Poudre d'algaroth	496
„ brontique	153
„ des chartreux	491
Precipitated gypsum	284
„ sulphur	59
Précipité blanc	449
„ rouge	455
Protoacetate de fer	380
„ of iron	380
„ of mercury	464
Protocarbonate de manganese	341

Digitized by Google

	Seite
Sal febrifugum Sylvii	133
„ fusibilis urinae	146
„ jovis	400
„ martis	373
„ „ muriaticum	347
„ microcosmicum	146
„ mirabile Glauberi	194
„ perlatum	244
„ polychrestum Glaseri .	149
„ „ Seignette	168
„ rochellense	168
„ rupellense	168
„ saidschuetzense	308
„ sedativum Homburgi	111
„ seidlitzense	308
„ Seignette	168
„ sodae	216
„ stanni	400
„ succini volatile	538
„ tartari	142
„ volatile vitrioli narcoticum	111
Salt of hartshorn	20
„ of saturn	395
„ of tartar	142
Salt-cake	100
Sapo ex oleo cocos	549
„ domesticus albus	550
„ „ flavus	555
„ medicatus	548
„ sulphuris	127
Savon blanc	548
„ de coco	549
„ jaune de résine	560
„ medical	548
„ ordinaire	550
„ de résine	559
„ de soude	555
Sel alembroth	449
„ amer	308
„ ammoniac	36
„ „ fixe	279
„ de corn de cerf	24
„ d'étain	400
„ de Glauber	194
„ de phosphore	246
Sel de Seignette	168
„ de soude	216
„ de tartre	142
„ volatil d'Angleterre	24
Sesquicarbonate d'ammoniaque	24
Sesquichloride of iron	347
Sesquichlorure de fer	347
Sesquiferrocyanate de potasse	358
Silicea	112
Silver, pure	468
Smell-salt	24
Soap, cocoa-nut-oil	549
„ common	550
„ „ rosin	559
„ german	550
„ medical	548
„ soda	555
„ white, pure	548
„ yellow rosin	560
Soda acetata	257
„ -ash	232
„ phosphorata	244
„ tartarisata	168
„ vitriolata	194
Sodium	180
Soluble cream of tartar	172
„ mercury of Hahnemann	461
„ tartar	165
Solution of ammonia	31
„ of acetate of alumina	318
„ of bihydrosulphate of ammonia	52
„ of chlorine	93
Soude caustique	181
„ à la chaux	181
„ raffinée	232
Soufre carburé	81
„ doré d'antimoine	487
„ précipité	59
Souscarbonate de magnésie	294
Souschlorite de chaux	285
Sous-Deutosulfate de mercure	458
Spirit of chloric ether	575
„ of hartshorn	21
„ of nitre	1

Digitized by Google

Seite

Sulphuret of carbon 81
„ of iron 344
„ of tin 398
Sweet spirit of nitre 571

T.

Tartar emetic 506
Tartarus ammoniatus 167
„ antimoniatus 506
„ boraxatus 172
„ chalybeatus 383
„ emeticus 506
„ ferratus 383
„ martiatus 383
„ natronatus 168
„ solubilis ammoniacalis 167
„ stibiatus 506
„ tartarisatus 165
„ vitriolatus 149
Tartarized antimony 506
„ iron 383
„ soda 168
Tartrate d'ammoniaque 51
„ d'antimoine et de potasse 506
„ borico-potassique 172
„ de fer et de potasse 383
„ de potasse neutre 165
Tartrate de potasse et d'ammoniaque 167
„ de potasse et de soude 168
„ of iron and potassa 383
Tartre emétique 506
Terra foliata tartari 173
„ „ „ crystallisabilis 257
„ ponderosa 267
„ „ acetata 272
„ „ muriatica 264
„ „ nitrica 270
„ „ salita 264
„ salis amari 306
„ silicea 112
Terre foliée de tartre 173
„ „ „ „ cristallisable 257
Thein 583

Seite

Theinum 583
Tinbutter 407
Tinsalt 400
Tonne au noir 380
Trisulphuret of potassium 127
Turbith mineral 458
Turpethum mercuriale 458
„ minerale 458

V.

Vermillon 439
Vernis noir de succin 545
Vernix succini 545
Verre d'antimoine 499
Vert de Brème 424
Vinaigre 576
„ concentré 526
„ radical 527
Vinegar 576
Viride bremense 424
Vitriol blanc 329
„ bleu 427
„ de Chypre 427
„ de cuivre 427
„ vert 373
Vitriolum album 329
„ caeruleum 427
„ cupri 427
„ de Cypro 427
„ martis 373
„ veneris 427
„ viride 373
„ zinci 329
Vitrum antimonii 499

W.

Water of ammonia 31
Welter's Bitter 58
White copperas 329
„ precipitate 449
„ vitriol 329

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google